

UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE QUÍMICA
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

DISEÑO Y PUESTA EN MARCHA DE UNA PLANTA PILOTO DE ARRASTRE CON VAPOR PARA LA OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

Tutor Académico:

Profesora: Germania Marquina Chidsey.

Autor:

Escobar Hernández Andrés Eloy.

C.I: 11651158

VALENCIA, JUNIO DE 2012



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



CONSTANCIA DE APROBACION

Los abajos firmantes, miembros del jurado designado para estudiar el Trabajo Especial de Grado Titulado **“DISEÑO Y PUESTA EN MARCHA DE UNA PLANTA PILOTO DE ARRASTRE CON VAPOR PARA LA OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES”**, realizado por el bachiller Andrés E. Escobar H., C.I. 11.651.158, hacemos constar que hemos revisado y aprobado dicho trabajo y que no nos hacemos responsables de su contenido, pero lo encontramos correcto en su forma y presentación.

Prof. (a) Dra. Germania Marquina -Chidsey
Presidente

Prof. (a) Carlos Hernández
Jurado

Prof. (a) Alberto M. Pitre
Jurado

Valencia, 25 de Abril de 2012



DEDICATORIA

A ***DIOS***, por darme la oportunidad de formar parte de este mundo maravilloso, por darme la fortaleza y paciencia para realizar este proyecto de vida.

A mis ***PADRES ORLANDA MARÍA Y ANDRÉS ELOY***, por ser ejemplo de trabajo, constancia y ética. Quienes han sido y serán un apoyo constante en el caminar de mi vida.

A mi Querido ***HIJO ANDRESITO***, por ser mi razón de vivir, por inspirarme a seguir adelante y por todo su amor y cariño. Te quiero Mucho.

A ***NILVALIA***, mi compañera sentimental por su apoyo incondicional, por estar siempre a mi lado.

A Mis ***HERMANOS*** July, Lenny, Weimar, Ronald y Marianny, que son motivo de orgullo, satisfacción y alegrías. Por su apoyo incondicional y por estar siempre conmigo en las buenas y malas.

A Todos mis ***FAMILIARES***, quienes siempre han velado por mi bienestar, especialmente a mis Abuelos Eufracina, Fortunato, Ramona y Pedro (+) y sobrinos Nicole, Julianny, Crisel, Cesar, Osmaily y José Daniel, quienes me inspiran a superarme cada día más.

A mi Tío ***RAFAEL MONTOYA***, por su apoyo incondicional.

A mis Cuñados ***MARTHA, OMAR Y JULIO***, por su valiosa colaboración en todo momento.

A mis ***AMIGOS*** Carlos Pacheco, Ezequiel Moreno, Rafael Caro, Lérica Henríquez, porque siempre tuvieron hacia mi gestos de cariño y amistad sincera. Gracias por ser como son.

Finalmente, quisiera dedicar este trabajo a todos aquellos que aunque hoy no están conmigo, estoy seguro les fuese gustado ver parte de mi sueño hecho realidad.



AGRADECIMIENTOS

A **DIOS**, por haberme regalado la oportunidad de seguir viviendo, llevándome siempre de su mano, iluminando mi camino para poder alcanzar este sueño que hoy es una realidad.

A mis **PADRES** y **HERMANOS**, por estar a mi lado brindándome su apoyo en este logro profesional.

A la Dra. **GERMANIA MARQUINA**, quien como Tutora me ayudó enormemente, y por el gran esfuerzo y tiempo empleado en brindarme sus conocimientos, experiencias, su afecto, su dedicación, sus atenciones y sus consejos como persona y como profesional de la Ingeniería Química, existen pocas palabras que cuantifiquen y expresen mi agradecimiento. Gracias, mil gracias. Que DIOS la Bendiga.

Al Ing. **JESÚS CARRERO**, por sus consejos, su ayuda, su asesoría y atenciones brindadas en el desarrollo de este trabajo.

A la Lic. **ELIANA PEREZ**, Ing. **SILVIA CHAVEZ**, Dr. **DANIEL ARIAS**, Ing. **ALBERTO ACOSTA**, por su asesoría y su valiosa colaboración.

Al Dr. **PABLO BARICELLI**, por aceptar y permitir desarrollar mi Trabajo de Grado en el Centro de Investigaciones Químicas.

A mis Amigos **HUMBERTO**, **LEANDRO**, **BRANDFORT**, así como todos los compañeros de clases de la **UPEL**, por su apoyo incondicional y respaldo brindado en todo momento.

A los **PROFESORES** y al **PERSONAL TÉCNICO** adscrito a los Laboratorios, por su colaboración y asesoría durante el Proceso Experimental, muy especialmente al amigo **BARÍ AGÜERO** del Laboratorio de **FACYT**.

Al Sr. **MARVEL GUILLERMO** y el Sr. **FIORAVENTI**, por las colaboraciones brindadas en la elaboración del condensador y del cuello de Cisne.



RESUMEN

La producción de aceites esenciales es una actividad de gran tradición en muchos países y tienen una amplia comercialización en el mercado mundial, dado que la flora nativa, los frutos, las hortalizas, las hojas de árboles, e incluso las malezas sirven de materia prima para su elaboración, este mercado se constituye en una importante opción de negocios para el país y una alternativa de investigación y aprovechamiento para el agro-venezolano.

Considerando lo anteriormente expuesto, el presente trabajo de grado tuvo como objetivo principal el diseño y puesta en marcha de una planta piloto de arrastre con vapor para la obtención de aceites esenciales de diversas materias primas, con el fin de determinar las variables necesarias para la construcción de plantas de extracción a nivel industrial, siendo este un patrón que servirá para futuras construcciones de equipos de destilación en diferentes regiones y casas de estudios de nuestro país.

La investigación se desarrolló en el Centro de Investigaciones Químicas de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Carabobo; donde el equipo diseñado producto de este proyecto, está constituido de un tanque de extracción de 32L de capacidad; capaz de procesar una cantidad máxima de 2kg de materia prima, con una resistencia de 1500watts incorporada en el fondo; encargada de generar el vapor necesario para realizar la extracción, así como un cuello de cisne de 1/2plg de diámetro y 50cm de largo, por donde circulará la mezcla de vapor de agua y aceite; además de un condensador de tubo ($D_i=1/2\text{plg}$) y coraza ($D_i=5\text{plg}$) de un paso (1-1) por ambos lados, en acero inoxidable; el cual retirará todo el calor de dicha mezcla; logrando la condensación y por ultimo un decantador primario o vaso florentino de 1,5L de capacidad, donde se separa y obtiene en su forma más pura el aceite esencial.

La especie seleccionada principalmente para los ensayos tanto a nivel de laboratorio como para poner a punto la planta piloto fue el eucalipto, debido a la accesibilidad de sus hojas, potencialidades de uso e innovación en cuánto a investigación se refiere dentro de nuestra casa de estudios; permitiendo determinar



las variables óptimas de extracción del aceite esencial por medio de arrastre con vapor.

Las variables de proceso consideradas fueron el tamaño de partícula, el tiempo de extracción y el tamaño de la carga; las cuales se determinaron con corridas experimentales que describieron su mejor comportamiento a partir de datos iniciales, encontrándose que para obtener un rendimiento máximo de extracción de $(0,805 \pm 0,002)$ % fueron: un tamaño de partícula de 1x2cm, un tiempo de extracción de 1,5 horas y una carga de 900g.

Los aceites esenciales de eucalipto obtenidos presentan una coloración amarillo pálido con un olor penetrante y característico de las hojas de eucalipto; además de este se extrajeron los aceites esenciales de naranja y de martinica, en donde el mayor rendimiento obtenido fue en la extracción del aceite esencial de naranja con $(2,329 \pm 0,002)$ %, cuyo valor se encuentra en el rango establecido en la bibliografía.

Posteriormente el aceite esencial de eucalipto se caracterizó fisicoquímicamente obteniéndose experimentalmente los siguientes resultados: Densidad: 0,882g/ml; pH: 4,88 $n_D^{20^\circ C}$: 1,4783; en cuanto al análisis cromatográfico se puede verificar que el eucaliptol se encuentra en mayor proporción en el aceite esencial extraído a nivel de laboratorio con 16,44% de área bajo el pico mientras que en la planta piloto el rendimiento fue de 0,99%, lo cual implica que deben hacerse mejoras en el enfriamiento de la muestra.

Es importante mencionar que este trabajo de grado brinda alternativas para el aprovechamiento de las especies oriundas y aclimatadas de nuestro país; así como a través de dicho equipo lograr la capacitación de empresarios, campesinos y comunidad en general, interesados en incursionar en la cadena productiva de aceites esenciales en sus diferentes etapas.

Palabras Clave: Aceite Esencial, extracción arrastre con vapor, eucalipto.



ÍNDICE GENERAL

	Pág.
Introducción.....	1
CAPÍTULO I .PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	2
1.1 Descripción del problema	2
1.2 Formulación del problema	6
1.2.1 Situación actual.....	6
1.2.1 Situación deseada.....	7
1.3. Objetivos.....	7
1.3.1 Objetivo general	7
1.3.2 Objetivos específicos	7
1.4 Justificación.....	8
1.5 Limitaciones.....	9
CAPÍTULO II .MARCO TEÓRICO	10
2.1 Antecedentes.....	10
2.2 Aceites esenciales	13
2.3 Clasificación de los aceites esenciales.....	14
2.4 Distribución y estado natural de los aceites esenciales.....	15
2.5 Componentes químicos de los aceites esenciales	16
2.6 Propiedades de los aceites esenciales.....	16
2.7 Usos de los aceites esenciales.....	17
2.8 Análisis de la composición de los aceites esenciales	18
2.8.1 Cromatografía de gases.....	18
2.8.2 Cromatografía en fase gaseosa acoplada a espectrometría de masas.....	19
2.8.3 Espectrometría de masas.....	19
2.9 Parámetros analíticos empleados en el control de calidad de aceites esenciales.....	19
2.10 Extracción y aislamiento	20



CAPÍTULO III. MARCO METODOLÓGICO	22
3.1 Metodología.....	22
3.1.1 Determinación de las condiciones experimentales en la obtención de diferentes aceites esenciales.....	22
3.1.2 Establecimiento de las condiciones de operación más adecuada así como la materia(s) prima(s) a utilizar.....	25
3.1.3 Diseño técnico de la planta piloto y puesta en marcha del sistema de destilación de arrastre con vapor	25
3.1.4 Obtención de aceites esenciales bajo condiciones controladas de operación	26
3.1.5 Relación costo-beneficio.....	29
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	31
4.1 Determinar las condiciones experimentales en la obtención de diferentes aceites esenciales	31
4.2 Establecimiento las condiciones de operación más adecuada, así como la materia(s) prima(s) a utilizar.....	33
4.3 Diseño teórico de la planta piloto y puesta en marcha del sistema de destilación de arrastre con vapor.....	34
4.4 Obtención de aceites esenciales a partir de diferentes especies bajo condiciones controladas de operación.....	44
4.5 Evaluación del costo-beneficio.....	50
4.5.1 Costos.....	50
4.5.2 Beneficios.....	51
CONCLUSIONES	52
RECOMENDACIONES	54
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55
APÉNDICES	58
Apéndice A: Cálculo de la humedad y tablas modelos.....	59
Apéndice B: Cálculo del rendimiento o porcentaje de extracción.....	65



Apéndice C: Cálculo del diseño de equipos	68
Apéndice D: Cromatogramas y calculo de propiedades del aceite esencial de eucalipto.....	82
Apéndice E: Diagramas de flujo de la extracción de aceite esencial con arrastre con vapor a nivel de laboratorio y a nivel de planta piloto.....	91
Apéndice F: Anexos.....	94



ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1.- Diagrama de proceso de extracción de aceite esencial.....	04
Figura 4.1.- Variación del rendimiento en función del tiempo de extracción.....	42
Figura 4.2.-Variacion del rendimiento en función del tamaño de carga	44
Figura 4.3.- Mecanismo de conversión de γ -terpineno a p-cimeno.....	46
Figura 4.4.- Mecanismo de conversión del eucaliptol (1,8 cineol).....	47
Figura C.1.-Dimensiones del reactor.....	69
Figura C.2.- Brida del reactor.....	70
Figura C.3.- Tapa del reactor.....	71
Figura C.4.- Tuerca en forma de mariposa.....	71
Figura C.5.- Resistencia.....	71
Figura C.6.- Cesta.....	72
Figura C.7.- Balance de energía en el reactor.....	72
Figura C.8.- Cambio de calor del agua.....	75
Figura C.9.- Zona del condensador o intercambiador de calor.....	76
Figura C.10.- Vaso florentino.....	80
Figura C.11.- Sección cónica del embudo.....	80
Figura D.1.- Análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor a nivel de laboratorio.....	83
Figura D.2.- Análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor a nivel de planta piloto.....	85
Figura D.3.- Análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante extracción Soxhlet	87
Figura E.1- Diagrama de flujo de la destilación de aceite esencial por arrastre con vapor de agua a nivel de laboratorio.....	92



Figura E.2.- Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite esencial de arrastre con vapor de agua a nivel de planta piloto.....	93
Figura F.1.- Planta piloto.....	96
Figura F.2.- Vaso florentino.....	96
Figura F.3.- Cesta de colocación de materia prima.....	97
Figura F.4.- Condensador de tubo.....	97
Figura F.5.- Cuello de Cisne.....	98
Figura F.6.- Método Soxhlet.....	98
Figura F.7.- Calores específicos de líquidos.....	99
Figura F.8.- Calores específicos de gases.....	100
Figura F.9.- Viscosidades de gases.....	101
Figura F. 10.- Viscosidades de líquidos.....	102
Figura F. 11.- Factores de fricción para lado de tubo.....	103
Figura F. 12.- Curva de transferencia de calor para el lado de la coraza.....	104



ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
4.1.- Datos experimentales para la obtención de aceite esencial de eucalipto extraído por arrastre con vapor de agua a nivel de laboratorio.....	32
4.2.- Resultados de la extracción de aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor de agua a nivel de laboratorio variando el tamaño de partículas.....	34
4.3.- Resultados experimentales y rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto, variando el tiempo de extracción.....	41
4.4.- Resultados experimentales y rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto, variando el tamaño de carga.....	43
4.5.- Reporte cromatográfico para la extracción del aceite esencial de eucalipto por arrastre con vapor de agua a nivel de Laboratorio.....	45
4.6.- Reporte cromatográfico para la extracción del aceite esencial de eucalipto por arrastre con vapor de agua a nivel de planta piloto.....	46
4.7.- Resultados experimentales de la extracción de aceite esencial de eucalipto mediante el método Soxhlet con hexano.....	48
4.8.- Resultados experimentales y rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de martinica mediante arrastre con vapor de agua a nivel de planta piloto.....	49
4.9.- Relación de gastos en adquisición de equipos y/o accesorios.....	50
A.1.- Recolección de datos para calcular porcentaje de humedad de hojas de eucalipto.....	61
A.2.- Tabla modelo de datos experimentales y porcentaje de rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de laboratorio.....	61
A.3.-Tabla modelo para los resultados de la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de laboratorio variando el tamaño de partículas.....	62



A.4.- Tabla modelo para los resultados experimentales y rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto, variando el tiempo de extracción.....	63
A.5 .- Tabla modelo para los resultados experimentales y rendimiento obtenido en la extracción de aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto variando el tamaño de carga	64
D.1.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto a nivel de laboratorio.....	84
D.2.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto.....	86
D.3.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante extracción Soxhlet.....	88
F.1.- Propiedades físico-químicas del aceite esencial de eucalipto.....	95
F.2- Propiedades físicas de los líquidos.....	105
F.3.- Propiedades físicas de los gases (vapor de agua).....	106



INTRODUCCIÓN

El presente trabajo de grado tiene como objetivo principal el diseño y puesta en marcha de una planta piloto de arrastre con vapor para la obtención de aceites esenciales de diversas materias primas.

Las estrategias utilizadas para cumplir con el propósito de dicho proyecto son la recolección y clasificación de la información referente a la extracción de aceites esenciales mediante arrastre con vapor, la selección de una especie perteneciente a nuestra flora nacional, luego el diseño que permitirá la selección de los principales equipos requeridos para conformar una planta piloto; posteriormente la puesta a punto de la misma tomando en cuenta ciertas variables experimentales, las cuales luego de estudiadas llevaran a los valores óptimos de funcionamiento para así obtener el mayor rendimiento de aceite esencial, que por ultimo será evaluado cromatográficamente y caracterizado fisicoquímicamente.

Para una mayor comprensión de la investigación presentada, se estructurara la información en cinco capítulos. En el primer capítulo se presenta el planteamiento del problema, describiendo la situación actual y la situación deseada, así como los objetivos que se persiguen con la investigación. En el capítulo dos se encuentran los fundamentos teóricos necesarios para la comprensión del trabajo. El capítulo tres describe la metodología aplicada para dar cumplimiento a los objetivos planteados. En el capítulo cuatro presenta los resultados experimentales, así como el análisis y discusión de los mismos los cuales llevaran al estudio de ciertos aspectos técnicos del proceso y descripción de cada etapa del mismo; finalmente se presentan las conclusiones y recomendaciones elaboradas para la culminación de dicha investigación.

Con la realización del presente trabajo, se pretende contribuir a fomentar a través de la investigación el aprovechamiento de nuestros recursos naturales, en cuanto a la producción de aceites esenciales se refiere, así como marco referencial a la hora de diseñar, construir e instalar plantas similares.



CAPÍTULO I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

I.- PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En esta sección se presenta el problema en estudio especificándose su propósito, situación actual y deseada, así como objetivos generales y específicos de la investigación. Igualmente se muestran las razones que justifican la investigación y sus limitaciones.

1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

El mercado mundial de los aceites esenciales, en crecimiento constante, genera una continua renovación de la tecnología empleada para obtener estos productos. A su vez, incentiva la optimización de los equipos usados diariamente, para aumentar su rentabilidad y eficiencia. El proceso para obtener los aceites esenciales, por arrastre con vapor usado desde la antigüedad hasta el presente, ha demostrado su cualidad de ser amigo del medio ambiente, gracias al mínimo impacto generado; contribuir a cerrar el ciclo de producción-consumo de materiales renovables en nuestro planeta y por el uso del agua, como insumo del proceso. Además, al requerir materias primas renovables, contribuye al desarrollo sostenible de zonas con un menor nivel de industrialización, pero con una alta disponibilidad de mano de obra y una gran biodiversidad del material vegetal, el cual favorece a un mayor crecimiento económico Cerpa (2007)

Existe un amplísimo conocimiento del proceso para obtener aceites esenciales usando el agua como agente de extracción. Sin embargo, pocas modificaciones se han realizado en las últimas décadas, para controlar y optimizar el proceso Cerpa



(2007). Esto es debido, a que las modificaciones realizadas han tenido un carácter mecánico y buscan disminuir el consumo energético necesario para esta operación, dejando de lado, la comprensión y la predicción de los fenómenos físicos que acontecen en el interior del equipo. Este análisis es importante en la actualidad, porque permite formular modelos matemáticos descriptivos de esos fenómenos; determinar cuál es el impacto de las variables de operación en el rendimiento y calidad de los productos; dimensionar equipos a una escala superior y simular el proceso.

El apoyo a esta tecnología, para modernizarla y optimizarla, recae en conocer sus antecedentes; en el control operacional de los equipos; en el efecto de las variables y parámetros operacionales en el rendimiento. Además, de integrar lo anterior, en una metodología científica, capaz de ser aplicada a cualquier materia prima o tipo de equipo; logrando así, mejorar el rendimiento en la producción y disminuir el consumo energético Cerpa (2007).

Los aceites esenciales son mezclas homogéneas de compuestos químicos orgánicos, provenientes de una misma familia química, terpenoides; que tienen la propiedad en común, de generar diversos aromas agradables y perceptibles al ser humano, los cuales a condiciones ambientales, son líquidos menos densos que el agua, pero más viscosos que ella, Poseen un color en la gama del amarillo, hasta ser transparentes, en algunos casos son inflamables, no son tóxicos son inocuos en pequeñas cantidades, aunque pueden provocar alergias en personas sensibles a determinados terpenoides. Sufren degradación química en presencia de la luz solar, del aire, del calor, de ácidos y álcalis fuertes, generando oligómeros de naturaleza indeterminada, son solubles en los disolventes orgánicos comunes; inmiscibles en disolventes polares asociados (agua, amoníaco). Tienen propiedades de solvencia para los polímeros con anillos aromáticos presentes en su cadena Bandoni (2002).

Los terpenoides son una familia de hidrocarburos oxigenados o no, con uno o varios anillos insaturados y con la presencia de 10 carbonos en su estructura. Tienen una bajísima presión de vapor a condiciones ambientales: 200 a 300 Pa;

cuando carecen de átomos de oxígeno, son casi insolubles en agua y son más solubles cuando tienen átomos de oxígeno; además son inestables fotoquímicamente Bandoni (2002).

Los métodos usados tradicionalmente para la extracción de los aceites esenciales son la extracción por arrastre con vapor y la extracción empleando solventes. La extracción por arrastre con vapor; se basa en la evaporación de los componentes volátiles inducida por el vapor de agua empleado, mientras que la extracción con solventes consiste en la adición de ciertos compuestos químicos para separar y diluir los compuestos aromáticos.

De manera general, el proceso básico de la extracción por arrastre con vapor es mostrado en la figura 1.1 y se describe de la siguiente manera: La materia prima vegetal es cargada en un destilador ó alambique, de manera que forme un lecho fijo compactado; su estado puede ser molido, cortado, entero o la combinación de éstos el vapor de agua es inyectado mediante un distribuidor interno, próximo a su base y con la presión suficiente para vencer la resistencia hidráulica del lecho. La generación del vapor puede ser local (hervidor), remota (caldera) o interna (base del recipiente).

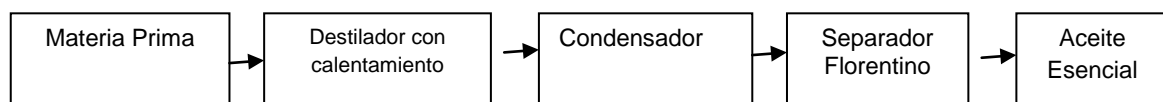


Fig. 1.1 Diagrama de Proceso de Extracción de aceite esencial.

Conforme el vapor entra en contacto con el lecho, la materia prima se calienta y va liberando el aceite esencial contenido y éste, a su vez, debido a su alta volatilidad se va evaporando. Al ser soluble en el vapor circundante, es “arrastrado”, corriente arriba hacia el tope del destilador; la mezcla, vapor saturado y aceite esencial, fluye hacia un condensador, mediante un “cuello de cisne” o prolongación curvada del conducto de salida del destilador. En el condensador, la mezcla es condensada y enfriada, hasta la temperatura ambiental a la salida del condensador,



se obtiene una emulsión líquida inestable; la cual, es separada en un decantador dinámico o florentino.

Este decantador recibe el agua a baja temperatura al inicio de la operación y el aceite esencial se va acumulando, debido a su inmiscibilidad en el agua y a la diferencia de densidad y viscosidad con el agua. Posee un embudo interno, por el cual, el agua es desplazada para favorecer la acumulación del aceite. El vapor condensado acompañante del aceite esencial y que también se obtiene en el florentino, es llamado “agua floral”. Posee una pequeña concentración de los compuestos químicos solubles del aceite esencial, lo cual le otorga un ligero aroma, semejante al aceite obtenido; si un hervidor es usado para suministrar el vapor saturado, el agua floral puede ser reciclada continuamente. De otro modo, es almacenada como un sub-producto. El proceso termina, cuando el volumen del aceite esencial acumulado en el florentino no varíe con el tiempo. A continuación, el aceite es retirado del florentino y almacenado en un recipiente y en lugar apropiado. El destilador es evacuado y llenado con la siguiente carga de materia prima vegetal, para iniciar una nueva operación. Dependiendo de la forma del recipiente, se utiliza una rejilla para separar la carga de material del distribuidor, y se usa una cesta donde se deposita la carga la cual se retira al terminar el proceso Cerpa (2007).

Aunque no hay producción de especies aromáticas en nuestro país, muchas de las que comercializan aromas, sabores y farmoquímicos, incorporan a los productos, en algunos casos semielaborados, aceites, polvos, extractos entre otros; previéndose un constante crecimiento de este mercado; esta circunstancia abre un amplio y creciente campo para la formación de pequeñas industrias de producción y comercialización de especies aromáticas, por lo tanto en busca de alternativas tecnológicas, se plantea el diseño y puesta en marcha de una planta a escala piloto para la obtención de aceites esenciales, usando como técnica la destilación por arrastre con vapor; el cual permitirá profundizar en diversas áreas de investigación; así como desarrollar alternativas y optimizar el proceso de producción de aceites esenciales Stashenko (2004).



1.2 Formulación del problema

Los aceites esenciales frecuentemente se comercializan como tales para su consumo en forma directa, ya sea con fines medicinales, alimenticios o cosméticos; esta circunstancia abre un amplio y creciente campo para la formación de pequeñas industrias de producción y comercialización de especies aromáticas, considerando la gran variedad de plantas vegetales y aromáticas existente en nuestro país y mas específico en el estado Carabobo, aunado al cúmulo de conocimientos y preparación académica de nuestra casa de estudios; la Universidad de Carabobo; se plantea poner en marcha una planta a escala piloto de destilación por arrastre con vapor para extraer aceites esenciales de diversas especies aromáticas y/o vegetales, buscando innovar en el ramo y a su vez comparar con otras tecnologías existentes.

1.2.1. Situación actual

Los aceites esenciales se encuentran muy difundidos en el reino vegetal, se pueden encontrar localizados en diferentes partes de la planta, en las hojas, en las raíces, en la corteza, en las flores, en la cáscara del fruto, en los frutos; entre otros. A pesar de que nuestro país dispone de materia prima por poseer una variedad de flora y frutos cítricos que puede servir como fuente básica para la producción de aceites esenciales, no se está aprovechando este potencial; ya que no se cuenta con laboratorios, incluso industrias que ensayen sobre el proceso de extracción de aceites esenciales y que a futuro cubra la demanda para el mercado nacional; en los países del Caribe los procesos de extracción de aceites esenciales se llevan a cabo a través de métodos convencionales de destilación con vapor o hidrodestilación; aunque la extracción con fluidos supercríticos genera mayores rendimientos por carga y menores costos operativos que la destilación por arrastre con vapor, las características de los aceites esenciales obtenidos no son las mismas que las aceptadas por el mercado, además, el relativo alto costo de los equipos, crea una



barrera económica para su aplicación generalizada y uso industrial; lo que lleva a la destilación por arrastre con vapor como el proceso más empleado, a nivel mundial, para la obtención de aceites esenciales Pavas y Vega (2005).

1.2.2. Situación deseada

Disponer de una planta piloto de destilación por arrastre con vapor para extraer aceites esenciales de la diversidad de plantas aromáticas y vegetales que posee nuestro país, específicamente el Estado Carabobo y que pueda ser instalada e incorporada a mediano o largo plazo esta importante tecnología no tan solo en el ámbito académico de nuestra Facultad de Ingeniería de la Universidad de Carabobo, sino también a nivel industrial en el país, además entre otras cosas ofrecer a través de estos aceites esenciales un producto competitivo en el mercado y sobretodo que permita contribuir a la economía nacional y regional.

En cuanto al alcance, se realizará la puesta en marcha de dicha planta piloto, así como determinar las condiciones operacionales que ofrezcan el mayor rendimiento posible a nivel de escala piloto.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo general

Diseñar y poner en marcha una planta piloto de arrastre con vapor para la obtención de aceites esenciales de diversas materias primas.

1.3.2 Objetivos específicos

1. Determinar las condiciones experimentales en la obtención de diferentes aceites esenciales.



2. Establecer las condiciones de operación más adecuadas, así como la(s) materia(s) prima(s) a utilizar.
3. Realizar el diseño técnico de la planta piloto y puesta en marcha del sistema de destilación de arrastre con vapor.
4. Obtener aceites esenciales a partir de diferentes especies bajo condiciones controladas de operación.
5. Realizar Evaluación Costo-Beneficio.

1.4 JUSTIFICACIÓN

El estudio de los aceites esenciales como materias primas básicas para la industria de fragancias y sabores, se ha transformado en una de las áreas de investigación y desarrollo más importantes para muchos países Arraiza (2009). Por lo tanto el diseño y puesta en marcha de una planta piloto de arrastre con vapor extractora de aceites esenciales aparece como una respuesta adicional a la actividad socioeconómica presente en Venezuela en la actualidad, ya que este estudio plantea la posibilidad de desarrollar, industrializar y comercializar un producto abundante y además transformar algunos materiales considerados como desechos sub-utilizados; el cual generaría diversas fuentes de empleo, tanto en la fase de recolección de la materia prima, como el personal necesario para la operación y mantenimiento a futuro de la planta industrializada.

En cuanto a la conveniencia, a través de este proyecto se producirán aceites esenciales, los cuales poseen una gama de aplicación en la industria cosmética y también en la industria de productos para la aromaterapia.

Es importante recalcar que durante la elaboración del presente trabajo de investigación se llevarán a cabo prácticas que permitan reforzar conocimientos y habilidades adquiridas a lo largo de la carrera universitaria, específicamente en las áreas de termodinámica, fenómenos de transporte, diseño de procesos, entre otras; además de brindar una experiencia en el ámbito laboral e industrial.



De igual forma, esta investigación presenta un aporte metodológico ya que se establecerá una estrategia tecnológica en la extracción de aceites esenciales, ofreciendo entre otras cosas la posibilidad de desarrollar con la misma tecnología nuevos aceites esenciales a partir de otras plantas vegetales y aromáticas.

De acuerdo con el diseño, al desarrollar este proceso de extracción de aceites esenciales de plantas nativas se plantea la posible diversificación de cultivos e incremento de la mano de obra en el campo.

Además puede ofrecer un modelo de desarrollo autosostenible de “cero emisiones” al aprovechar en su totalidad todos los desechos generados, así como demostrar que la extracción de aceite esencial además de ser un proceso con tecnologías limpias, brinda la posibilidad de utilizar el 100% de los desechos generados en el proceso contribuyendo a la conservación del medio ambiente.

Desde el punto de vista teórico, la realización de este tipo de trabajo especial de grado, sentaría un precedente en la creación a futuro de microempresas por parte de los estudiantes de la Universidad de Carabobo, aplicando así los conocimientos científicos y tecnológicos adquiridos en este centro de estudios para aportar una pequeña pero valiosa cuota de esfuerzo en la diversificación de la economía nacional, así como despertar el gran interés para futuras investigaciones a realizarse tanto en este como en otras casas de estudio.

1.5 LIMITACIONES

El presente trabajo especial de grado restringe su parte experimental a los recursos disponibles (materiales y equipos) en la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Carabobo y a los reactivos disponibles comercialmente en forma detallada o discreta. Así como también se debe mencionar en este aspecto que existe un plazo máximo de presentación de este trabajo; por lo tanto el desarrollo del presente trabajo se enmarcará dentro de los objetivos planteados al inicio del mismo.



CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

En esta sección se presenta los antecedentes y fundamentos teóricos necesarios para la comprensión de este Trabajo Especial de Grado.

2.1 ANTECEDENTES

Albarracín y Gallo (2003), compararon dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando *Piper aduncum* (cordoncillo) procedente de la zona cafetera. El aceite esencial de *Piper aduncum* L. procedente de la zona cafetera, se extrajo de hojas y espigas utilizando las técnicas de arrastre con vapor de agua e hidrodestilación, de acuerdo al rendimiento del aceite, tiempos de extracción, propiedades evaluadas y componentes identificados, se compararon los dos métodos de extracción. El mejor rendimiento (2,1493%) fue obtenido por el método de hidrodestilación aplicado a las espigas del material, luego de incluir en el montaje el manejo de equipos presurizados.

La determinación de la composición química del aceite utilizando cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG/EM) mostró como componente mayoritario el apiol con proporciones entre 54,4 y 70,664%, otros compuestos en cantidades significativas fueron: germacreno-d, cariofileno y piperitona. Se realizaron pruebas fisicoquímicas de las esencias y se estudió el tiempo de extracción como variable de influencia sobre su rendimiento y composición.

Las sustancias encontradas y sus respectivas cantidades en el aceite obtenido de la planta de esta región, plantean la posibilidad de sus utilización final como insecticida de acuerdo a la información recopilada sobre los estudios y usos del aceite esencial de *Piper aduncum*. Se realizó un cálculo preliminar del costo de producción del aceite obtenido.

Este trabajo presenta semejanzas con la investigación a desarrollar ya que utiliza dentro de sus técnicas de extracción la destilación por arrastre con vapor, empleada a nivel de planta piloto para la obtención del aceite esencial y se diferencian con el trabajo a desarrollar en que no se diseñara la planta de enfocándose en el rendimiento de los aceites obtenidos por ambas técnicas de extracción.



Stashenko (2004), propuso establecer el conocimiento científico y tecnológico necesario para desarrollar en Colombia la agroindustria de aceites esenciales, extractos y derivados naturales con diversa actividad biológica, dirigida hacia la producción de bienes de alto valor agregado, para los mercados nacional y mundial. Es decir se tiene como meta tangible alcanzar el conocimiento que permita recomendar artículos comerciales promisorios a diferentes actores de la cadena productiva.

Así como estudiar la diversidad genética de algunas especies aromáticas promisorias para la Industria colombiana, de los géneros *Lippia*, *Aloysia* y *Lantana*. En particular, el estudio busca determinar cómo se distribuye la diversidad genética dentro y entre poblaciones, y cuál es la historia filogeográfica de estas especies, entre otras actividades instalar plantas piloto para la extracción de aceites esenciales y para operaciones de fraccionamiento de aceites esenciales.

Este trabajo de investigación presenta similitud con el que se va a desarrollar, ya que se evaluará y ejecutará el montaje de una planta a escala piloto para la extracción y fraccionamiento de los aceites esenciales seleccionados, de igual forma se realizarán distintos análisis físico-químicos y microbiológicos tanto de la materia prima como del producto final; pero se diferencian en que el proyecto ya desarrollado es a largo plazo con duración de 5 años ejecutados por etapas y con distintas materias primas, mientras en el que se va a desarrollar se utilizará como máximo tres(3) plantas aromáticas y/o vegetales obtenidas a través de una selección y el tiempo de ejecución es a corto plazo.

Pavas y Vega (2005), evaluaron a escala de planta piloto el proceso industrial para la obtención de aceite esencial de cardamomo, bajo la filosofía “cero emisiones” El presente estudio describe un método simple y económico para la extracción de aceites esenciales bajo la filosofía “Cero Emisiones”. Presentando el diseño y funcionamiento del equipo, el método elegido en este trabajo fue el de arrastre con vapor, debido a que es una práctica simple, económica y versátil. Para tal decisión se apoyaron en ensayos preliminares realizados a escala de laboratorio. Los resultados mostraron la posibilidad de obtener un rendimiento de aceite esencial de cardamomo del 5%, dato que concuerda con el reportado por la literatura.



Este trabajo presenta similitud con la investigación que se va a desarrollar; ya que en ambas se plantean el empleo de técnicas de extracción de aceites esenciales a escala de laboratorio para proporcionar un valor agregado a recursos naturales sub-aprovechados así como el aporte en conocimientos y fundamentos que puedan impulsar el área de investigación de nuestra casa de estudio; pero se diferencian en que dicho trabajo presentado como antecedente se emplean como técnicas de extracción el arrastre con vapor y la hidrodestilación, así como el uso de una materia prima y en la investigación a desarrollar se utilizara como principal técnica de extracción la destilación de arrastre con vapor, además la materia prima a utilizar en la investigación a desarrollar será un máximo de tres (3) plantas aromáticas y/o vegetales obtenidas a través de una selección.

Cerpa (2007), estudió el proceso de hidrodestilación, para la obtención de aceites esenciales provenientes de algunas plantas aromáticas representativas de la flora castellanoleonesa, mediante la determinación del rendimiento en peso, la eficacia en obtener la mayor cantidad de aceite y la medición del tiempo necesario para la operación. En el mismo se procesaron las siguientes 5 plantas aromáticas, representativas de dos matrices herbáceas conocidas: hojas y flores; en un equipo piloto, con diferentes flujos del vapor de agua y diferentes porosidades del lecho vegetal. Obteniéndose exitosamente sus aceites esenciales y caracterizándolos positivamente según la normativa técnica vigente o a estudios previos publicados, mediante GC/MS, refractometría y picnometría. Las plantas fueron: *Lavandín súper* (*Lavándula angustifolia M. x latifolia M.*), con un rendimiento de $1,36 \pm 0,138\%$ g/g, en base húmeda (53% g/g H₂O), en 12 pruebas experimentales, con una carga fija por prueba; usando sus flores y tallos parcialmente cegados. *Romero español* (*Rosmarinus officinalis L.*): Con un rendimiento de $1,35 \pm 0,104\%$ g/g, en base húmeda (22,5% g/g H₂O), en 9 pruebas experimentales, diferentes cargas de planta y usando sus flores y hojas enteras. *Mejorana de España* (*Thymus mastichina L.*): Con un rendimiento de $2,73 \pm 0,10\%$ g/g, en base húmeda (11,5% g/g H₂O), en 9 pruebas experimentales, diferentes cargas de planta; usando sus flores, hojas y tallos enteros. *Hisopo español* (*Hyssopus officinalis L. ssp. aristatus.*): Con un rendimiento de $1,63 \pm 0,20\%$ g/g, en base húmeda (11,3% g/g H₂O), en 8 pruebas



experimentales, con una carga fija (1 kg) por prueba; usando sus hojas, flores y tallos enteros. *Lavandín abrial* (*Lavándula angustifolia L. x latifolia L.*): Con un rendimiento de $0,96 \pm 0,089\%$ g/g en peso, en base húmeda (27,3% g/g H₂O), en 9 pruebas experimentales, con diferentes cargas de planta; usando sus flores y tallos enteros.

Este trabajo presenta semejanzas con la investigación a desarrollar ya que se realizara la puesta en marcha de una planta piloto para la obtención del aceite esencial, igualmente en cuanto a la determinación de la composición química del aceite esencial se realiza mediante análisis químico, específicamente cromatográfico; pero se diferencian en que, el trabajo desarrollado se realizó la extracción de aceites esenciales con 5 (cinco), especies distintas específicamente hojas y flores, además de formular modelados matemáticos que permitan simular el proceso; mientras que en el trabajo a desarrollar se hará solamente con un máximo de tres(3) especies como materia prima; y se hará un estudio en cuanto al control operacional de los equipos; así como el efecto de las variables y parámetros operacionales en el rendimiento del proceso, estableciendo comparación con otras técnicas de extracción, pero sin realizar simulado del mismo.

2.2.- ACEITES ESENCIALES

El término aceite esencial, o esencia, presenta muchas dificultades cuando se busca una definición que generalice este concepto; existen definiciones desde el punto de vista químico, botánico y desde una perspectiva industrial. Sin embargo se pueden definir a los aceites esenciales como la fracción aromática más importante del vegetal, las cuales son mezclas complejas de hasta más de 100 componentes (algunos volátiles), producto del metabolismo secundario de las plantas y que pueden tener la siguiente naturaleza química:

Compuestos alifáticos de bajo peso molecular (alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos) Stashenko (2004).

- Monoterpenos (diez carbonos).



- Sesquiterpenos (quince carbonos).
- Fenilpropanos.

Se les llama aceites por su apariencia física y consistencia que es bastante parecida a los aceites grasos, pero se distinguen de ellos, porque al dejar caer unas gotas de esencia sobre el papel, estas se volatilizan fácilmente sin dejar ninguna huella ni mancha grasosa Stashenko (2004).

En algunos casos se les atribuyen funciones de defensa ante el ataque de microorganismos y/o animales depredadores; en otros casos, se cree que la síntesis de estas fracciones químicas es sólo para poder transformar excedentes del metabolismo primario difícil de eliminar.

2.3.- Clasificación de los Aceites Esenciales

Los aceites esenciales se agrupan de acuerdo a diferentes criterios: consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios Stashenko (2004).

Según su **consistencia** los aceites esenciales se clasifican en esencias fluidas, bálsamos y oleorresinas. Las esencias fluidas son líquidos volátiles a temperatura ambiente. Los bálsamos son más espesos, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización, y por último las oleorresinas tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas (caucho, gutapercha, chicle, oleorresina de paprika, de pimienta negra, de clavel) Stashenko (2004).

De acuerdo a su **Origen** pueden ser naturales, artificiales y sintéticos. Los aceites esenciales naturales se obtienen directamente de la planta y no sufren modificaciones físicas ni químicas posteriores, debido a su rendimiento tan bajo son muy costosas. Los aceites esenciales artificiales se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por



ejemplo la mezcla de esencias de rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalol o la esencia de anís enriquecida con anetol. Los aceites esenciales sintéticos como su nombre lo indica son los producidos por la combinación de sus componentes los cuales, la mayoría de las veces, se producen por procesos de síntesis química. Estos son más económicos y por lo tanto son mucho más utilizados como aromatizantes y saborizantes (esencias de vainilla, limón, frutilla, etc.) Stashenko (2004).

Además de las ya mencionadas, existe otra clasificación, en donde se clasifican los aceites esenciales en función de los componentes mayoritarios que están presentes en el mismo, como:

- Monoterpénicos: por ejemplo los que contienen la hierbabuena, la albahaca y la salvia.
- Sesquiterpénicos como los de copaiba, pino y junípero.
- Fenilpropanoides como los de clavo, canela y anís.

2.4 Distribución y estado natural de los Aceites esenciales

Los aceites esenciales se encuentran ampliamente distribuidos en plantas que incluyen las labiadas, lauráceas, mirtáceas, pináceas, rosáceas, rutáceas, umbelíferas, etc. se les puede encontrar en diferentes partes de la planta: en las hojas (ajenjo, albahaca, eucalipto, hierbabuena, mejorana, menta, pachulí, romero, salvia, etc.), en las raíces (angélica, cúrcuma, jengibre, sándalo, sasafrás, valeriana, vetiver, etc.), en el pericarpio del fruto (cítricos como limón, mandarina, naranja, etc.), en las semillas (anís, cardamomo, hinojo, comino, etc.), en el tallo (canela, etc.), en las flores (lavanda, manzanilla, piretro, tomillo, rosa, etc.) y en los frutos (nuez moscada, perejil, pimienta, etc.) www.bilbo.edu.uy (2001).



2.5 Componentes Químicos de los Aceites esenciales

Los principales componentes de estos aceites pueden, por consiguiente, dividirse en dos amplias clases de compuestos orgánicos: los que solamente contienen carbono e hidrógeno y los que contienen carbono, hidrógeno y oxígeno.

Compuestos que contienen carbono e hidrógeno; en los aceites esenciales se han hallado las siguientes clases de hidrocarburos: alcanos, olefinas, hidrocarburos aromáticos, terpenos (olefinicos, monocíclicos, y bicíclicos) y sesquiterpenos (alifáticos, monocíclicos, bicíclicos y tricíclicos). De todos ellos son los terpenos y los sesquiterpenos los más característicos en los aceites esenciales. Los terpenos tienen una unidad fundamental que es el isopreno, C_5H_8 , que es un hemiterpeno.

Compuestos que contienen carbono, hidrogeno y oxigeno; Estos son los componentes de los cuales dependen las grandes diferencias de olor observadas en varios aceites esenciales, ordinariamente representan la porción más soluble del aceite. Esta amplia clase comprende alcoholes, aldehídos, cetonas, y ésteres.

2.6 Propiedades de los aceites esenciales

Los aceites esenciales se caracterizan por su olor pronunciado y penetrante, Tienen sabor cáustico, acre e irritante y a veces aromático, dulce y delicado. Son sustancias de aspecto oleoso poco solubles o insolubles en el agua, a la que le comunican su aroma característico; soluble en alcohol absoluto, en el sulfuro de carbono, en éter de petróleo, en tetracloruro de carbono y demás solventes orgánicos, son volátiles y en su mayoría líquidos a la temperatura ambiente. Su peso específico a $15^\circ C$ oscila entre 0.8 y 1.2, en los aceites constituidos por éteres, el punto de ebullición varía entre 150 y $300^\circ C$.

En lo que respecta a la volatilidad, todos los perfumes son más o menos volátiles y el conocimiento de su grado de volatilidad es un factor de importancia Arraiza (2009).



Los aceites esenciales refractan la luz polarizada, propiedad que se usa para su control de pureza, presentan un poder rotatorio característico, en razón de que poseen en su composición numerosos productos ópticamente activos.

2.7 Usos de los Aceites Esenciales

Industria Alimentaria: se emplean para condimentar carnes preparadas, embutidos, sopas, helados, queso, etc. Los aceites más empleados por esta industria son el Cilantro, Naranja y Menta, entre otros. También son utilizados en la preparación de bebidas alcohólicas y no alcohólicas, especialmente refrescos. Con respecto a esta utilidad podemos citar las esencias extraídas del naranjo, limón, mentas e hinojo, entre otros. Estas esencias también se emplean en la producción de caramelos, chocolates y otras golosinas Arraiza (2009).

Industria Farmacéutica: se usan en cremas dentales (aceite de menta e hinojo), analgésicos e inhalantes para descongestionar las vías respiratorias (eucalipto). El eucaliptol es muy empleado en odontología. Son utilizados en la fabricación de neutralizantes de sabor desagradable de muchos medicamentos (naranjas y menta, entre otros) Arraiza (2009).

Industria de Cosméticos: esta industria emplea los aceites esenciales en la producción de cosméticos, jabones, colonias, perfumes y maquillaje. En este campo se pueden citar los aceites de geranio, lavanda, rosas Arraiza (2009).

Desodorantes Industriales: actualmente se ha desarrollado el uso de esencias para disimular el olor desagradable de algunos productos industriales como el caucho, los plásticos y las pinturas. La industria de las pinturas emplea limoneno como disolvente biodegradable. También se imparte olor a juguetes. En textiles, como enmascaradores de olores en tratamientos con mordientes antes y después del teñido. En papelería, para impregnar de fragancias cuadernos, tarjetas, papel higiénico, toallas faciales Arraiza (2009).



Industria Tabacalera: demanda mentol para los cigarrillos mentolados Arraiza (2009).

Biocidas e Insecticidas: existen esencias con propiedades bactericidas, como el tomillo, clavo, salvia, mentas, orégano, pino, etc. Otras son insecticidas:

- Contra hormigas: hierbabuena y poleo.
- Contra pulgas: lavanda, mentas, malojillo, entre otros.
- Contra moscas: ruda, citronela, menta.
- Contra piojos: hierbabuena, albahaca, ruda.
- Contra polilla: mentas, romero.
- Contra cucarachas: menta, eucalipto, laurel Arraiza (2009).

2.8.- Análisis de la Composición de los Aceites Esenciales

En las últimas décadas, el desarrollo de técnicas instrumentales de análisis y su acoplamiento a sistemas informáticos y bases de datos, ha agilizado de forma notable la identificación de los componentes de las esencias; han contribuido especialmente a este cambio, el desarrollo de técnicas como:

- Técnicas cromatográficas de alta resolución, principalmente la cromatografía de gases con columnas capilares.
- Técnicas espectroscópicas, particularmente la espectrometría de masas (EM), la espectroscopia infrarroja (IR) y la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN).
- Sistemas cromatográficos acoplados a técnicas espectroscópicas, especialmente la cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas (CG-MS) y la cromatografía de gases acoplada a la espectroscopia infrarroja (CG-FTIR) Bandoni (2002).

2.8.1. Cromatografía de gases

La cromatografía es un método físico de separación basado en la distribución de los componentes de una mezcla entre dos fases inmiscibles, una fija y otra móvil. En cromatografía gaseosa, la fase móvil es un gas que fluye a través de una



columna que contiene a la fase fija. Esta fase fija puede ser un sólido poroso; si la muestra es no volátil se pueden utilizar técnicas de derivatización o pirólisis para su análisis Bandoni (2002).

2.8.2 Cromatografía en fase gaseosa acoplada a espectrometría de masas

Es un método muy adecuado para la identificación, la esencia se inyecta directamente en el cromatógrafo, sin ningún tratamiento previo, lo cual elimina posibles modificaciones en la composición de la muestra o en la estructura de sus constituyentes debidas a pretratamiento. En el cromatógrafo, los componentes de la esencia se separan, tras lo cual pasan al espectrómetro de masas, que permite registrar el correspondiente espectro de cada una de las sustancias separadas. Los constituyentes del aceite esencial se identifican gracias a los diferentes patrones de fragmentación que se observan en sus espectros de masas Bandoni (2002).

2.8.3 Espectrometría de masas

La identificación de los componentes de los aceites esenciales se realiza con base en sus espectros de masas (EM), obtenidos por impacto electrónico y/o por ionización química. Varios analizadores másicos (magnético, cuadripolar, de trampa iónica) se utilizan en espectrómetros de masas acoplados a cromatógrafos de gases. En un espectro de masas, se observa, en abscisas, la relación masa/carga (m/z) de los iones formados al fragmentarse la molécula y en las ordenadas, la intensidad (abundancia) de cada uno de los iones formados. Dado que la carga suele ser unitaria, m/z corresponde generalmente a la masa de los fragmentos iónicos Bandoni (2002).

2.9.- Parámetros analíticos empleados en el control de calidad de Aceites Esenciales

Los parámetros analíticos empleados en el control de calidad de aceites esenciales se clasifican en seis tipos, que van desde las características organolépticas hasta las características espectroscópicas, pasando por la



determinación de constantes físicas e índices químicos y el estudio del perfil cromatográfico Bandoni (2002).

a.- Características organolépticas

Las características a tener en cuenta en este apartado son el olor, el color, y la apariencia. El primero de ellos reviste especial importancia, ya que muchos usos de los aceites esenciales se relacionan con el olor Bandoni (2002).

b.- Determinaciones físicas

Se trata principalmente de la determinación de constantes físicas, entre las que se destacan la densidad, el índice de refracción y el poder rotatorio.

La densidad puede determinarse con un picnómetro, o un densímetro electrónico. Debe indicarse la temperatura de trabajo (normalmente 20°C). Casi todas las esencias poseen una densidad menor que el agua.

El índice de refracción puede determinarse mediante un refractómetro electrónico y suele medirse también a 20°C, o de lo contrario se realiza una corrección por diferencia de temperatura.

El rango de destilación suele usarse para determinar la volatilidad de la esencia. Se controla la temperatura mínima a la cual comienza a destilar la esencia, y la temperatura máxima a la cual se destila su totalidad, también puede indicarse qué porcentajes destilan a determinados rangos de temperaturas.

2.10.- Extracción y aislamiento

Los aceites esenciales se pueden extraer de las muestras vegetales mediante diferentes métodos como:

Expresión, arrastre con vapor de agua, extracción con solventes volátiles, *enfleurage* y con fluidos supercríticos.

En la expresión, el material vegetal es exprimido mecánicamente para liberar el aceite y éste es recolectado y filtrado. Este método es utilizado para el caso de las esencias de cítricos.



En la extracción por arrastre con vapor de agua, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, se coloca en un recipiente cerrado y es sometida a una corriente de vapor de agua sobrecalentado, la esencia así arrastrada es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa. Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias empleadas en la perfumería.

En el método de extracción con solventes volátiles, la muestra seca y molida se pone en contacto con solventes tales como alcohol, cloroformo, hexano, etc. Estos solventes solubilizan la esencia pero también solubilizan y extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniéndose al final una esencia impura. Se utiliza a escala de laboratorio Bandoni (2002).

En el método de enflorado o *enfleurage*, el material vegetal (generalmente flores) es puesto en contacto con una grasa. La esencia es solubilizada en la grasa que actúa como vehículo extractor. Se obtiene inicialmente una mezcla (concreto) de aceite esencial y grasa, la cual es separada posteriormente por otros medios físico-químicos, como por ejemplo una destilación o mediante una extracción líquida. Esta técnica es empleada para la obtención de esencias florales (rosa, jazmín, azahar, etc.) Bandoni (2002).

El método de extracción con fluidos supercríticos, es de desarrollo más reciente. El material vegetal cortado en trozos pequeños, licuado o molido, se empaca en una cámara de acero inoxidable y por encima de la presión, temperaturas críticas se tiene un fluido en estado supercrítico (por ejemplo CO_2) que actúa como solvente extractor, las esencias son así solubilizadas y arrastradas y el fluido supercrítico, se elimina por descompresión progresiva hasta alcanzar la presión y temperatura ambiente, y finalmente se obtiene una esencia cuyo grado de pureza depende de las condiciones de extracción Bandoni (2002).



CAPÍTULO III. MARCO METODOLÓGICO

A continuación se describen y numeran, en forma resumida, la metodología empleada y estrategias utilizadas para llevar a cabo la realización del presente trabajo y cumplir con los objetivos propuestos.

Para el logro de los objetivos propuestos, se presentan a continuación una serie evolutiva de pasos que describen la metodología a emplear.

Metodología

3.1.1. Determinación de las condiciones experimentales en la obtención de diferentes aceites esenciales

3.1.1.1 Se realizó una Investigación Documental, es decir la recolección de información a través de consultas bibliográficas a libros, revistas especializadas; así como a sitios del internet relacionados con el tema. En dicho estudio documental se abarcaron tópicos como definición, clasificación, tecnologías de extracción, y composición de los aceites esenciales.

3.1.1.2 Una vez realizada la recolección de la información se procedió a la clasificación de la misma, separando las fuentes de acuerdo de donde provenían, es decir las de libros, revistas y/o sitios del internet.

Además de esto se consideró de cada fuente de investigación la materia prima utilizada, objetivos, así como tecnologías empleadas; para luego distribuir la información en las distintas áreas que abarca el presente trabajo y evaluar los aportes de dichas fuentes.

3.1.1.3 Posteriormente se hizo la planificación experimental, identificando las posibles variables involucradas en la toma de datos, tales como temperatura de extracción, cantidad de materia a procesar y tiempo de extracción, igualmente se diseñó los instrumentos de recolección de datos (ver apéndice A), del mismo modo se hizo la selección y tratamiento de la materia prima considerando para dicho estudio la accesibilidad en adquisición de la misma e innovación en el aceite a extraer, lo que permitió seleccionar hojas de eucalipto y corteza de algunos cítricos como naranja y



toronja(martinica).Es necesario acotar que la recolección y pre-tratamiento del material vegetal(hojas de eucalipto), se realizo tomando en cuenta algunos criterios como condiciones climáticas apropiadas (días despejados), en horas de poco sol para evitar pérdidas de aceite esencial en las hojas; luego se hizo el desramado posteriormente las ramas son trasladadas a un lugar fresco y techado donde se deshojan, y por último las hojas son colocadas sobre papel o plástico para iniciar un proceso de secado de 15 días; a condiciones ambientales con temperaturas entre 22°C y 28°C, de manera que permita retirar un porcentaje significativo de humedad, sin afectar la calidad del aceite.

3.1.1.4 se realizo la aplicación del método de extracción convencional, para llevar a cabo la extracción del aceite esencial, los experimentos preliminares se realizaron por el método de arrastre con vapor de agua; ya que se disponía de los materiales y equipos necesarios para realizarlos en el Laboratorio del Centro de Investigaciones Químicas (C.I.Q) de la Facultad de Ingeniería; este es un equipo que está constituido por un recipiente comercial con una capacidad aproximada de 6 litros, una columna de clewenger, una rejilla metálica interior, un condensador, una plancha de calentamiento y accesorios para conexión.

Para la aplicación de este método de extracción de arrastre con vapor se realizaron los pasos mencionados en el procedimiento experimental que se presenta a continuación:

- **Arranque:**

- 1.- Pesar la materia prima fresca y en trozos de un tamaño determinado, en una balanza electrónica.
- 2.- Introducir la rejilla metálica dentro del recipiente del equipo de extracción y agregar agua destilada hasta un nivel cercano a la misma.
- 3.- Colocar la materia prima pesada sobre la rejilla del recipiente contenedor.
- 4.- Realizar el montaje del equipo de extracción de arrastre con vapor, tal cual como se muestra en el apéndice E (figura E.1).
- 5.- Encender la plancha de calentamiento.



Operación:

- 6.- Calentar hasta ebullición.
- 7.- Anotar el tiempo en que se recoge la primera gota de destilado y la temperatura de los vapores en el tope del recipiente contenedor.
- 8.- Recoger el destilado en el frasco colector luego de 1,5 horas de extracción.

Parada:

- 9.- Al finalizar el tiempo de extracción (1,5h) apagar la plancha de calentamiento.
 - 10.- Esperar que se enfríe el equipo.
 - 11.- Desmontar el equipo (la columna de Clevenger), drenar poco a poco, luego recolectar en un envase de vidrio (vaso de precipitado) el aceite ya separado del agua; posteriormente añadir sulfato de sodio anhidro con ayuda de una espátula metálica para eliminar la mayor cantidad posible de agua presente en el aceite.
 - 12.- Luego pasar el aceite esencial a un envase limpio previamente pesado, e identificado; volviendo a pesar para así obtener la cantidad de aceite extraído; posteriormente añadir un cristal pequeño de Butil Hidroxi Tolueno (BHT) para evitar la oxidación del mismo, y por ultimo cerrar con tapa hermética y refrigerar lo antes posible la muestra.
 - 13.- Desmontar por completo y limpiar todo el equipo.
- 3.1.1.5 Luego de realizar cada corrida de extracción a nivel de laboratorio, se calculaba el porcentaje de rendimiento de la extracción del aceite esencial haciendo uso de la ecuación 3 (Ver apéndice B).

3.1. 2.- Establecimiento de las condiciones de operación más adecuada, así como la materia(s) prima(s) a utilizar

- 3.1.2.1 Utilizando tanto la información documental como la experimental permitió detectar las condiciones de operación más adecuada en el proceso de extracción tales



como el flujo de vapor, la cantidad de materia prima, el tamaño de partícula y el tiempo de extracción.

3.1.2.2 La materia prima utilizada fueron hojas de eucalipto previamente tratadas iniciando la parte experimental a nivel de laboratorio con una cantidad de 80g, un tamaño de partículas entre 0.2 mm y 2cm, así como un tiempo de extracción de 1,5h; manteniendo condiciones de temperatura del baño de enfriamiento entre 0-2°C permitiendo obtener destilado a nivel de laboratorio a temperaturas de 92°C.

3.1.3 Diseño técnico de la planta piloto y puesta en marcha del sistema de destilación de arrastre con vapor

3.1.3.1 Se realizó un seguimiento exhaustivo del proceso de producción de aceite esencial desde la recolección de la materia prima y su procesamiento hasta la terminación del producto, tanto a nivel teórico como a nivel experimental (mediante la experiencia a nivel de laboratorio), identificando las operaciones involucradas en el proceso de extracción del aceite esencial mediante arrastre con vapor.

3.1.3.2 Se estimó la capacidad de la planta piloto, partiendo del alambique o tanque de extracción de forma cilíndrica, con el cual se contaba al inicio del trabajo de grado, obteniéndose un volumen de 32L.

3.1.3.3 Basándose en la información referente a la capacidad, se realizó el escalamiento del proceso, tomando en cuenta una relación constante entre el diámetro y la altura del alambique, para así mantener constantes las relaciones de flujo másico al establecer las mismas proporciones en los balances diferenciales de masa, esto permitió dimensionar la cesta donde se colocaría la materia prima.

3.1.3.4 Luego se efectuaron los balances totales de masa referidos a la escala piloto, y en base a estos se hicieron los balances energéticos respectivos; además de métodos matemáticos conocidos y estudiados que permitirían el diseño del resto de la planta piloto tales como: cuello de cisne, condensador y vaso florentino entre otros.



3.1.3.5 Posteriormente se hizo la revisión de manuales especializados y consultas a fabricantes, para así seleccionar el o los materiales adecuados para la construcción de cada parte de la planta, igualmente se recolectó información referente a los precios de la construcción de los equipos; donde para la obtención de estos precios se utilizó cotización directa en unos casos y estimación de costos para otros.

3.1.3.6 Por último, en función de los parámetros de diseño, se mando a elaborar cada una de las partes; y luego de terminadas se procedió a ensamblar por completo la planta piloto de arrastre con vapor.

3.1.4 Obtención de aceites esenciales bajo condiciones controladas de operación

3.1.4.1 Se hizo la planificación experimental, considerando las posibles variables involucradas en la toma de datos, tales como temperatura de extracción, cantidad de materia a procesar, tamaño de partículas y tiempo de extracción, igualmente se diseño los instrumentos de recolección de datos(ver apéndice A), del mismo modo se hizo el tratamiento de la materia prima.

3.1.4.2 Una vez diseñada y ensamblada la planta piloto es puesta en marcha utilizando el siguiente procedimiento experimental:

- **Arranque:**

1.- Pesar la materia prima fresca, secada y cortada o molida en trozos de un tamaño determinado, en una balanza electrónica.

2.- Colocar la materia prima previamente pesada dentro de una cesta; que evita el contacto de la muestra con el agua, e introduciendo en la cesta una rejilla metálica para separar la muestra en capas, para evitar aglomeramiento.

3.- Agregar agua hasta donde indica el nivel en el reactor (aproximadamente 7 L) garantizando que la resistencia de calentamiento quede sumergida en el agua y a su vez cercano a la cesta que contiene la muestra.



- 4.- Introducir la cesta que contiene la muestra en el reactor, garantizando que quede bien sujeta dentro de los apoyos o soporte del reactor.
- 5.- Colocar la tapa del reactor, asegurando con las tuercas mariposa; realizando el ajuste de forma alternada la cual garantizara un cierre hermético y evitara fugas por la tapa.
- 6.- Realizar el montaje del equipo de extracción de arrastre con vapor a nivel piloto, tal cual como se muestra en el apéndice E (figura E.2), realizando un buen ajuste en todas las uniones correspondientes, específicamente la del cuello de cisne con el condensador por donde circulará la mezcla de vapor agua-aceite.
- 7.- Registrar la temperatura inicial tanto en el reactor, como en el agua de enfriamiento que circulará por el condensador; considerando que si se usa el baño refrigerante circulante se debe encender con anterioridad para asegurar su enfriamiento y buena circulación alrededor del condensador.
- 8.- Ajustar con las pinzas el vaso florentino, de tal manera que soporte el peso de la mezcla agua-aceite condensada, además de ser posible humedecer con agua antes de usar, para garantizar un buen deslizamiento de la mezcla por el recipiente.
- 9.- Encender o conectar el reactor; para el calentamiento del agua, que generará dentro del mismo el vapor necesario para la extracción del aceite.

Operación:

- 10.- Calentar hasta ebullición, la cual dará inicio a la obtención de la primera gota de destilado.
- 11.- Anotar el tiempo en que se recoge la primera gota de destilado y la temperatura de los vapores en el tope del recipiente contenedor.



12.- Realizar de forma manual el reciclo al reactor de la mezcla condensada de agua-aceite, en caso de que no se pueda realizar la conexión directa de la descarga del vaso florentino al reactor, para así garantizar el nivel de agua dentro del mismo y a su vez enriquecer en aceite los próximos vapores generados.

13.- Recoger el destilado en el vaso florentino por un periodo de tiempo óptimo (1,5 h) de extracción.

Parada:

14.- Al finalizar el tiempo de extracción (1,5h) desconectar el enchufe del reactor.

15.- Esperar que se enfríe el equipo, posteriormente apagar el baño refrigerante circulante en caso de que se esté usando como medio de refrigeración.

16.-Drenar poco a poco el vaso florentino, luego recolectar en un envase de vidrio (vaso de precipitado) el aceite ya separado del agua; posteriormente añadir sulfato de sodio anhidro con ayuda de una espátula metálica para eliminar la mayor cantidad posible de agua presente en el aceite.

17.- Transferir el aceite esencial a un envase limpio previamente pesado, e identificado; volviendo a pesar luego de añadido, para así obtener la cantidad de aceite esencial extraído; posteriormente añadir un pequeño cristal de Butil Hidroxi Tolueno (BHT) para evitar oxidación del mismo, y por ultimo cerrar con tapa hermética y refrigerar lo antes posible la muestra.

18.- Desmontar por completo y limpiar todo el equipo; considerando que el agua dentro del reactor se debe retirar una vez que la misma este completamente fría, es decir que baje de forma progresiva la temperatura en la resistencia y evitar que se dañe.

3.1.4.3 Para la determinación de las condiciones operacionales en las cuales la extracción del aceite esencial es más adecuada se realizaron las extracciones con su respectiva réplica, y los datos recolectados fueron tabulados usando tablas (Ver apéndice A) y se elaboraron gráficas representativas de estos en alguna de las variables consideradas. Es necesario acotar que durante el proceso de extracción a nivel de planta piloto se determinaron los intervalos de tiempo asociados a cada parte



del proceso productivo, como lo son los tiempos de carga, operación y descarga, para definir de esta manera el tiempo de ciclo y la duración de cada extracción.

3.1.4.4 Una vez extraído el aceite esencial por el método de arrastre con vapor de agua, tanto a nivel de laboratorio como a nivel piloto, las muestras fueron sometidas a análisis cromatográficos en las instalaciones de la Facultad de Ciencia y Tecnología (FACYT) de la Universidad de Carabobo, en vista de que el cromatógrafo del Centro de Investigaciones Químicas se encontraba desconfigurado.

Estos análisis se llevaron a cabo utilizando un cromatógrafo de gas Hewlett-Packard 6890, acoplado a un espectrómetro de masa Hewlett-Packard serie 5793, al cual se le inyectó 1 μ l de solución de aceite esencial diluido, utilizando como solvente n-hexano.

Estos análisis se realizaron con la finalidad de evaluar el contenido del extracto y verificar la presencia de los principales componentes del aceite esencial.

Además de la cromatografía realizada también se hizo la medición de la densidad, pH, e índice de refracción, en las instalaciones del Laboratorio de Alimentos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Carabobo, los cuales permitirían la caracterización fisicoquímica del aceite esencial (específicamente el de eucalipto).

3.1.5 Relación costo-beneficio

3.1.5.1 Se recolectó información referente a los precios de los equipos que conforman la planta piloto de extracción de arrastre con vapor de agua, para la obtención de estos precios se utilizó cotización directa en unos casos y estimación de costos para otros.

La estimación de costos de los equipos más importantes que conforman la planta de extracción de arrastre con vapor de agua; se realizó en base a información proveniente de fabricantes y proveedores de algunas empresas en cuanto equipos utilizados.



La estimación de costos no incluye los asociados a la operación del equipo, servicio e instalación, ni puesta en marcha.

El costo se relaciono con el beneficio que representa la utilización de este equipo el cual se encuentra acorde con el área de investigación, y el beneficio social al equipo que encierra algunos aspectos como novedad, ambiente, educación.



CAPÍTULO IV.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentan los resultados experimentales obtenidos y el análisis de los mismos en base a la bibliografía empleada y a los conocimientos adquiridos durante el desarrollo de la presente investigación, para así dar cumplimiento al logro de los objetivos planteados.

4.1 DETERMINAR LAS CONDICIONES EXPERIMENTALES EN LA OBTENCIÓN DE DIFERENTES ACEITES ESENCIALES

La extracción por arrastre con vapor de agua a nivel de laboratorio se llevo a cabo usando como materia prima hojas de eucalipto donde la recolección y pre-tratamiento del material vegetal se realiza tomando en cuenta los siguientes criterios: condiciones climáticas apropiadas (días despejados), en horas de poco sol para evitar pérdidas de aceite esencial en las hojas; se inicia con el desramado estas ramas son trasladadas a un lugar fresco y techado donde se deshojan, se colocan sobre papel o plástico para iniciar un proceso de secado de 15 días; a condiciones ambientales con temperaturas entre 22°C y 28°C, de manera que permita retirar un porcentaje significativo de humedad, sin afectar la calidad del aceite; por último son cortadas en un tamaño que varia aproximadamente entre 0,2mm y 2cm utilizando para ello una licuadora, se determinó el porcentaje de humedad presente en las hojas(ver apéndice A),posteriormente se realiza la extracción mediante el montaje del apéndice E (figura E.1), donde entran en contacto el eucalipto y el vapor durante una hora y treinta minutos, obteniendo aceite esencial e hidrolato, los datos se muestran en la tabla 4.1



TABLA 4.1. DATOS EXPERIMENTALES PARA LA OBTENCION DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO EXTRAIDO POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA A NIVEL DE LABORATORIO

Experimento	Masa de Muestra ($m_M \pm 0,001g$)	Masa de Envase Vacio ($m_{EV} \pm 0,001g$)	Masa de Envase con extracto ($m_{EE} \pm 0,001g$)	Rendimiento ($\%R \pm 0,003\%$)	Rendimiento Promedio ($\%R \pm 0,003\%$)
1	80,030	2,331	2,544	0,266	0,164
2	80,022	4,555	4,622	0,084	
3	80,028	4,548	4,662	0,142	

Temperatura Ambiente: $(26,0 \pm 0,5) ^\circ C$

Temperatura a la cual se recolectó la primera gota de condensado: $(90,0 \pm 0,5) ^\circ C$.

Flujo de Condensado: $(0,1 ml/s)$.

En cuanto al porcentaje de rendimiento o extracción (calculado mediante la ecuación, reflejada en el apéndice B); se obtiene un valor promedio de 0,164%, (tabla 4.1); el cual difiere del reportado en la literatura que oscila entre 0.8 y 2%; esto puede ser debido a que muchos factores pueden influir sobre el rendimiento tales como: perdidas referidas a escapes de pequeñas cantidades de aceite arrastrado por vapor en las condiciones del equipo, así como también la variedad y época de recolección de la materia prima (hojas de eucalipto).

El aceite esencial obtenido, fue de color amarillo pálido y con olor penetrante característico de las hojas de eucalipto, el cual coincide con el reportado en la bibliografía.



4.2 ESTABLECIMIENTO DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN MÁS ADECUADA, ASÍ COMO LA MATERIA(S) PRIMA(S) A UTILIZAR

En cuanto a las condiciones de operación, considerando que las variables de proceso a determinar son el flujo de vapor, la cantidad de materia prima, el tamaño de partícula y el tiempo de extracción se realizaron cuatro (4) extracciones variando el tamaño de partículas, dejando constantes las otras variables, el tiempo de extracción fué 1,5 horas el cual es un valor promedio del reportado en la bibliografía, la temperatura y el tamaño de carga de 80g se mantuvieron constantes. Los mejores rendimientos fueron aquellos donde el tamaño de partículas fue de 1x2cm (Tabla 4.2), ya que las de menor tamaño quedaban apelmazadas no permitiendo un buen paso del flujo de vapor, lo cual coincide con la bibliografía que establece que aunque la reducción de tamaño aumenta el área superficial y por ende el área de contacto para la transferencia de masa, cuando el tamaño es muy pequeño se forman grumos (nódulo) y disminuye el rendimiento. La temperatura para el agua de enfriamiento estuvo en un rango entre 0-2°C para el agua, y el vapor alcanzó un valor máximo de 92°C.

El diseño de la planta de extracción a escala piloto, se realizará para permitir la utilización de una gran variedad de productos derivados de la naturaleza que conformarían la materia prima del proceso, esta connotación le da versatilidad al diseño pudiéndose procesar el tipo de materia prima disponible de acuerdo a la temporada; obviamente aumentar la cantidad de materia prima que se puede alimentar al proceso, la cual va a depender de la capacidad de la planta y del tipo de materia y grado de separación de la misma dentro del recipiente extractor, la cual facilitaría el proceso de extracción.

A partir de estas variables, se procedió a plantear ecuaciones de diseño adecuadas para cada uno de los equipos involucrados que permitiesen mejorar el rendimiento del aceite esencial mediante arrastre con vapor de agua.

TABLA 4.2 RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO MEDIANTE ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA A NIVEL DE LABORATORIO VARIANDO EL TAMAÑO DE PARTÍCULAS

Experimento	Tamaño de Partícula (L₁X L₂) cm²	Rendimiento (R±0,003)%
1	0,02x0,02	0,018
2	0,02 x 0,02	0,084
3	1x2	0,266
4	1x2	0,142

Temperatura Ambiente (24±1) °C.

Masa de la Muestra de Eucalipto: (300±1g).

Temperatura a la cual se recolecto la primera gota de condensado: (92±1) °C.

Presión de Vapor: (0,1±0,1) bar.

4.3 DISEÑO TEÓRICO DE LA PLANTA PILOTO Y PUESTA EN MARCHA DEL SISTEMA DE DESTILACIÓN DE ARRASTRE CON VAPOR

A partir de los datos obtenidos a nivel de laboratorio, se desarrolló el equipo a nivel de planta piloto, que consiste en todas las especificaciones, variables y ecuaciones de diseño.

En el planeamiento, diseño y posterior construcción de una planta de extracción de aceites esenciales, el adecuado diseño de los equipos de proceso es un factor importante en la funcionalidad de dicha planta, incluso a nivel piloto, pues es aquí donde se pueden visualizar los requerimientos de materiales, y accesorios necesarios para el óptimo aprovechamiento de los recursos disponibles, por lo tanto, el diseño de los equipos requiere de habilidades para el manejo de procesos industriales, conocimiento de los materiales disponibles en la zona, para una correcta selección, así como también, conocimiento de los métodos de fabricación.



Selección de los materiales.

La selección de los materiales de construcción es un aspecto fundamental en el correcto funcionamiento del equipo de extracción y determinante en el costo final del equipo.

Como requerimientos de diseño se tiene que los aceites esenciales son sustancias que se pueden contaminar fácilmente con productos de corrosión, causando su oxidación, o produciendo su polimerización o degradación química, en general, disminuyendo considerablemente su calidad con la consecuente disminución de precio en el mercado, aunque en muchos casos son usados en la construcción del cuerpo del alambique; aceros al carbono comunes o láminas galvanizadas por ser económicas, y es básicamente esta relación costo-calidad la que determina la elección de los materiales, en este caso se busca obtener aceites de la mayor calidad posible, sin incurrir en costos excesivos. Fontecha (2007).

Por esta razón se considera usar materiales de cobre y aceros inoxidable por ser estos los materiales con los que mejores resultados se obtienen y su uso estará limitado por su costo, disponibilidad en el mercado y ductilidad. Fontecha (2007).

Debido a los altos precios que tiene el cobre en la actualidad y a la dificultad en la consecución de este material en láminas se limitará su uso a la construcción del cuello de cisne, por requerir de un material de alta ductilidad, pues debe ser elaborado a mano por la dificultad de su forma. El resto del cuerpo del equipo fué elaborado en acero inoxidable de la serie 300, particularmente el acero AISI 304 (designación UNS S30400), este es un acero austenítico Cr-Ni, presenta una mejor resistencia a la corrosión que el 302, aceptable ductilidad. Esencialmente no-magnético, bajo en carbono, lo que implica menores precipitaciones de carburos en las zonas afectadas por la soldadura y una menor susceptibilidad a la corrosión ínter granular, resistente a la mayoría de las sustancias ácidas oxidantes.



El equipo para la extracción debe ser tal que permita la operación más conveniente cualquiera que sea el material vegetal del que se quieran extraer sus esencias.

Dicho equipo estará formado primeramente de un reactor o alambique, donde se coloca el material a destilar, el cual consiste de un tanque cilíndrico con una tapa que debe poder ser asegurada con cierre hermético; del centro de esta tapa, sale un tubo llamado "cuello de cisne" que es el conductor de los vapores hacia el condensador.

El reactor se puede construir en diversos materiales, cuyo espesor es también variable según el trabajo, pero es preferible que sea de acero inoxidable. Fontecha (2007). En el fondo del mismo y debajo de la canasta o cesta, se encuentra la generación de vapor, cuidando que entre el fondo de la canasta y la generación de vapor la distancia no sea tan grande (ya que la materia prima no debe estar sumergida), como para que se produzca aquí la condensación de agua, la distribución del vapor se asegura por la disposición de una serie de agujeros chicos en la parte inferior y a lo largo de la cesta, lo que le da así uniformidad a la distribución. Es necesario mencionar que en el fondo del reactor o alambique, hay una válvula de drenaje para permitir que cualquier cantidad de agua que se alimente o condense dentro de la carga y gotee hacia el fondo, pueda ser descargada al final de la extracción.

En cuanto al condensador el más usado es el tubular donde el vapor ingresa axialmente a los tubos y el agua de enfriamiento entra por la parte inferior y asciende en sentido contrario a la mezcla de los vapores de agua y aceite esencial que circulan por los tubos, recorriendo los mismos hasta lograr la condensación que sale por el cabezal posterior, mientras tanto el agua luego de su recorrido en contra flujo saldrá al otro extremo del condensador.

Los tubos que forman este aparato se colocan en forma vertical, su forma, longitud y diámetro dependen de la condensación de las esencias que se procesan,



y son construidos en su mayoría en acero inoxidable, pues evitan coloraciones indeseables en la esencia obtenida.

El agua de enfriamiento debe ser potable en lo posible, porque se eliminan así las probables incrustaciones y depósitos, cuando están cargadas con sales.

Finalmente en el proceso encontramos el separador o vaso florentino el cual es el encargado de separar el hidrosol del aceite esencial, es necesario mencionar que el hidrosol que se recolecta tiene bajas cantidades del aceite y puede ser recirculado al reactor o separado mediante otro método de separación para poder tener un mayor aprovechamiento del proceso. Fontecha (2007).

Especificaciones de los equipos o partes principales de la planta piloto:

a.- Volumen del tanque de extracción.

El tanque extractor es donde ocurre la extracción del aceite esencial contenido en la materia vegetal aromática, normalmente son de forma cilíndrica y dentro de él se disponen discos perforados con la finalidad de distribuir mejor la muestra. La tapa del tanque debe ser fácil de ajustar y de retirar y que cierre herméticamente para evitar pérdida.

Para una carga de material vegetal aromática (tallos, hojas, etc.,) frescas de 2Kg, el extractor tendrá las siguientes dimensiones (ver cálculos apéndice C) son:

Volumen: 32L

Diámetro interno: 29cm

Altura: 49 cm

Espesor: 3mm

Material: acero inoxidable

Es necesario acotar que dicho extractor estará aislado térmicamente para evitar fugas de calor; además mencionar que el tanque extractor fue el inicio del diseño de la planta piloto; ya que se disponía del mismo, a través de una donación realizada a la Dra. Germania Marquina por el profesor Rafael Solórzano, ya fallecido.



b.- Dimensiones de la cesta.

Es el recipiente que contiene el material vegetal, el cual tiene forma cilíndrica similar al reactor, elaborado de una malla en acero inoxidable perforada o con orificios que permitirán el buen flujo de vapor, así como unas gasas de acero inoxidable de 1mm de espesor, ubicadas en la abertura o parte superior de la misma que permiten colgarla dentro del reactor a través de unos apoyos o tubos macizos previamente fijados dentro del mismo a 5cm del borde superior, sus dimensiones (ver apéndice C) son:

Volumen: 16,5 L

Diámetro: 26 cm

Altura: 31 cm

C.-Estopera

El material seleccionado para realizar el sellado es el neopreno siliconado por su alta estabilidad química dado que muchos de los materiales sintéticos disponibles en el mercado pueden reaccionar con algunos de los elementos presentes en los vapores de destilación. Este material posee un rango de operación que puede llegar hasta los 160°C, y fue seleccionado dado que las temperaturas que se estima manejar se encuentran en el orden de los 94°C hasta un máximo de 106°C.

D.- Generador de vapor

Para garantizar el suficiente flujo de vapor, necesario para realizar la extracción del aceite esencial se usó una resistencia de 1500watts y 120 volts, la cual posee un termostato que permite regular su nivel de calentamiento y por ende el flujo de vapor, la misma es conectada internamente a una altura de 7cm respecto al fondo del recipiente, con un visor de nivel conectado con tuberías y mangueras a una altura referencial desde el fondo del tanque de 10cm, así siempre se garantiza que la resistencia esté sumergida en agua.

E.- Cuello de Cisne

El cuello de cisne es el conducto que comunica la tapa del alambique con el condensador, esta es sin duda la pieza más difícil de construir de todo el equipo, la misma fue realizada con un tubo de cobre de diámetro de ½ pulgadas, longitud de 50cm y un ángulo de inclinación desde el borde inferior igual a 80 grados, así como



en los extremos conexiones de cobre que permiten un acople rápido y seguro, en ambos extremos (con reactor y condensador).

F.-Dispositivos de cierre.

Los dispositivos de cierre deben ser fácilmente desmontables, sobre todo teniendo en cuenta que cada vez que se cargue y descargue el alambique con material vegetal deben desconectarse para poder retirar el cuello de cisne. Para este caso se usaron dispositivos de cierre tipo mariposas, por la facilidad y practicidad en el momento de hacer la carga y de desmontar el cuello de cisne.

G.- Condensador.

Para este proceso se diseña un intercambiador de coraza y tubo de fácil construcción y limpieza. Para el diseño definiremos los fluidos: en la coraza circulará el agua de enfriamiento y en los tubos el flujo de vapor-aceite.

Especificaciones (ver cálculos apéndice C):

Tubos: acero inoxidable

DE = 1/2 pulg BWG 18

Longitud: 39,4cm

Numero de tubos = 13

Arreglo cuadrado de 25 mm

Número de pasos del fluido por tubos y coraza =1

Coraza: acero inoxidable

D.I = 5,07 pulg

Espesor: 3mm

Con ayuda de diseños ya existentes se eligieron las especificaciones anteriores.

H.- Vaso Florentino o separador de aceites esenciales.

El diseño del separador está basado en el caso más común donde el aceite es menos denso que el agua, y flotan el agua.

Posee las siguientes dimensiones (ver cálculos apéndice C):

Volumen: 1,5L

Diámetro: 8cm

Altura: 30cm

Es necesario acotar que dicho equipo posee en la parte interior un embudo que recibe el condensado, el cual tiene un diámetro de abertura de 8,5cm, un diámetro de tubería de 1cm, una longitud de 25cm y en su parte final una curvatura



en forma de “U” que permite dirigir hacia la parte superior del mismo la mezcla de condensado recibida, para su posterior separación. (Ver apéndice C).

Además de todas las partes o equipos mencionados anteriormente, se deben considerar otros accesorios necesarios para el ensamblaje y puesta en marcha de la planta piloto de extracción de arrastre con vapor de agua, entre ellos se tienen:

Termómetro escala de 0-100°C, manómetro de 6 atmósfera, material aislante, pinzas metálicas, tubería de galvanizado, válvulas de ½ pulg, mangueras transparentes, codo, “T”, nipples, teflón, teipe, entre otros.

Una vez diseñada y construida la planta de extracción a nivel piloto, se procedió a realizar las primeras extracciones considerando que a nivel de laboratorio se realizaron cuatro (4) extracciones con hojas de eucalipto variando en cada dos (2) lotes el tamaño de partícula, dejando constantes todas las otras variables; tiempo de extracción, tamaño de carga y flujo de vapor, obteniéndose los mejores rendimientos con tamaño de partícula de 1x2 cm; esta es una buena área de contacto entre el vapor y la materia prima, que favorece la transferencia de masa; (Los resultados obtenidos se tabularon en la tabla 4.2). Por lo tanto el tamaño óptimo de partícula es de 1x2 cm, el cual sería el utilizado en las extracciones a realizar en la planta piloto.

Posteriormente se procedió a seleccionar la cantidad de flujo de vapor generado colocando el dial del termostato que controla el calentamiento en la resistencia, en un valor mínimo y máximo, obteniéndose mejor rendimiento en un valor máximo, ya que el aumento del flujo tiende a elevar el rendimiento de extracción debido a que aumenta la velocidad de extracción.

Para la determinación del tiempo óptimo, se realizaron 6 corridas utilizando el tamaño de partícula y el flujo de vapor ya determinado, manteniendo el tamaño de carga o lote constantes. Para la extracción, la variable de tiempo se varió 3 veces en un período de 30 minutos comenzando con un tiempo base de 1 hora a partir de obtener la primera gota de destilado, cada tiempo teniendo dos corridas para corroborar los datos obtenidos; los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4.3, resultando que al realizar la extracción, conforme avanza el tiempo, el rendimiento es mayor tal como se aprecia en la fig.4.1, debido a que hay mayor tiempo de



contacto entre la materia prima y el vapor, pero llega un momento en que se agota la materia prima y el rendimiento empieza a ser constante. Este es el tiempo de extracción; cuando el rendimiento empieza a mostrarse constante, allí el aceite recuperado no es económicamente rentable en comparación al costo de extraer esa pequeña cantidad de aceite, por lo tanto se considera el tiempo óptimo de extracción de 90 minutos.

TABLA 4.3 RESULTADOS EXPERIMENTALES Y RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE PLANTA PILOTO, VARIANDO EL TIEMPO DE EXTRACCION

Experimento	Tiempo Extracción (t±1) min	Masa de Envase Vacío (m _{EV} ±0,001g)	Masa de Envase con Extracto (m _{EE} ± 0,001g)	Rendimiento (% R±0,002)%
1	60	4,524	5,182	0,219
2	60	4,595	4,931	0,112
3	90	4,624	6,211	0,529
4	90	11,726 (*)	12,937	0,404
5	120	29,062 (*)	30,316	0,418
6	120	28,625 (*)	30,283	0,553

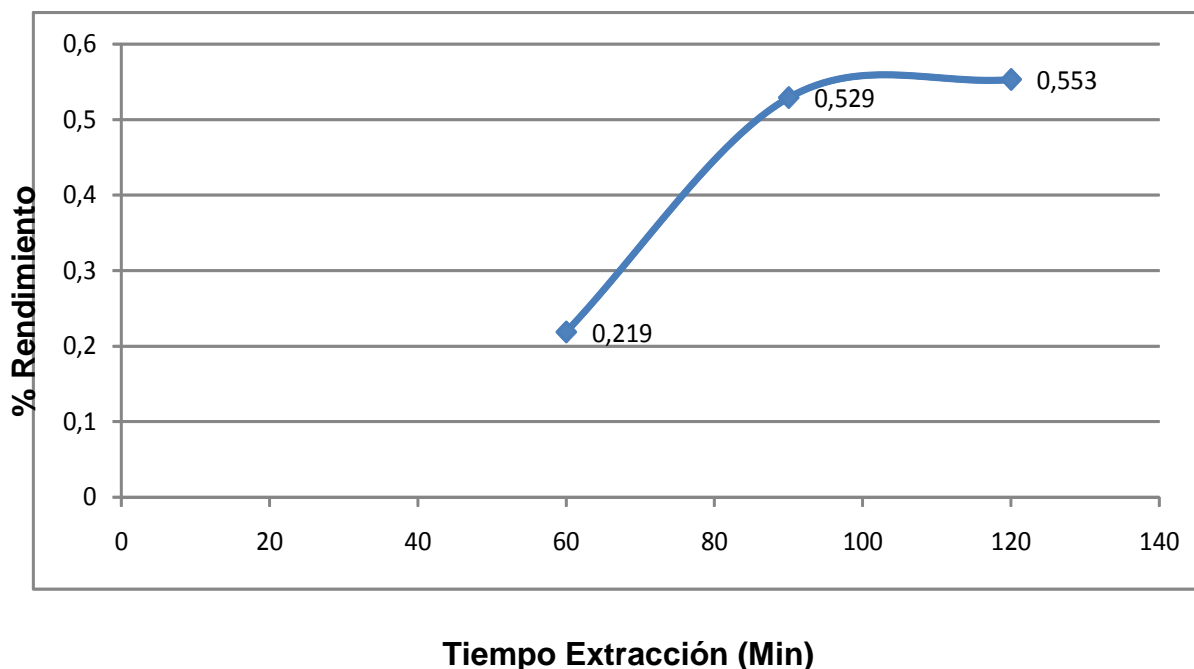
Temperatura Ambiente (24±1) °C.

Masa de la Muestra de Eucalipto: (300±1g)

Presión de Vapor: (0,1±0,1) bar.

(*): Estos envases presentan mayor peso; ya que son de mayor tamaño son envases ambar, usados de acuerdo a la disponibilidad de material presentes en el centro de investigaciones químicas a la hora de la extracción.

FIGURA 4.1 VARIACION DEL RENDIMIENTO EN FUNCION DEL TIEMPO DE EXTRACCION



En cuanto a la determinación del tamaño óptimo de carga o lote, se realizaron nueve (9) corridas utilizando el tamaño de partícula, el tiempo de extracción y el flujo de vapor ya determinado. La variable de tamaño de carga se varió en un intervalo de 300 gramos comenzando con un tamaño de carga base de 300 gramos, con tres (3) corridas para corroborar, los resultados obtenidos se tabulan en la tabla 4.4, obteniéndose el mayor rendimiento con un tamaño de carga de 900 gramos; ya que conforme se aumenta el tamaño de la materia prima, el rendimiento aumenta (ver fig.4.2), esto debido a que hay más materia prima y por ende más área de contacto, que aumenta el rendimiento. Sin embargo en el caso de las hojas de eucalipto al aumentar el tamaño de carga superior a 900 gramos llega un punto en el cual el rendimiento tiende a disminuir, porque se impide el paso al vapor y disminuye el área superficial de contacto entre el vapor y la materia prima, observándose que la materia prima queda apelmazada y hay mayor condensación de la misma dentro del tanque de extracción (marmita).

De forma general todas estas variables de proceso, son las óptimas para encontrar un máximo rendimiento económicamente rentable para la extracción de aceite esencial de eucalipto, donde el rendimiento máximo en estas condiciones a nivel de planta piloto es de $(0.805 \pm 0,002)$ %.

TABLA 4.4 RESULTADOS EXPERIMENTALES Y RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE PLANTA PILOTO, VARIANDO EL TAMAÑO DE CARGA.

Temperatura Ambiente promedio: (24 ± 1) °C.

Experimento	Masa de Muestra ($m_M \pm 1g$)	Masa de Envase Vacío ($m_{EV} \pm 0,001g$)	Masa de Envase con extracto ($m_{EE} \pm 0,001g$)	Rendimiento (% $R \pm 0,002$)%
1	300	4,624(*)	6,211	0,529
2	300	11,726	12,937	0,404
3	300	4,589(*)	4,967	0,126
4	600	32,286	36,273	0,665
5	600	11,720	14,280	0,427
6	600	30,240	34,230	0,667
7	900	32,585	39,830	0,805
8	900	32,146	39,316	0,797
9	900	11,837	16,200	0,485

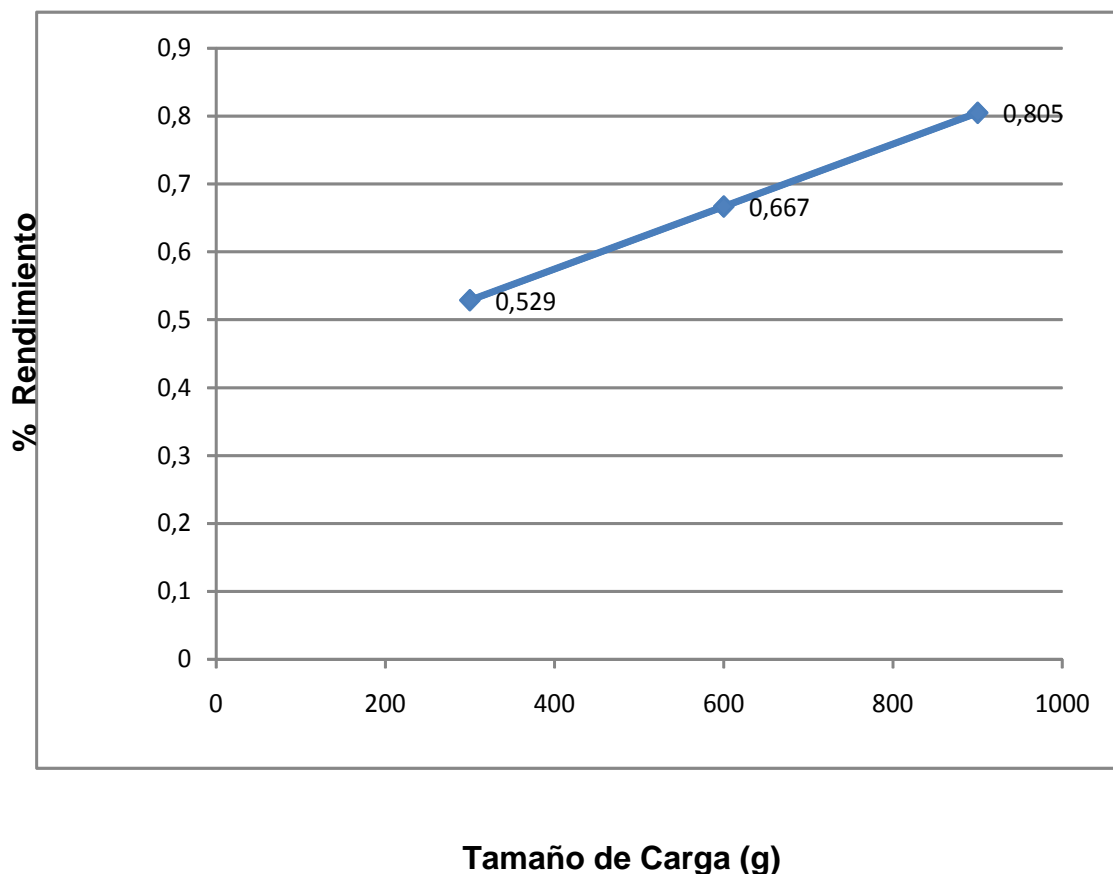
Presión de Vapor: $(0,1 \pm 0,1)$ bar.

Posición del Condensador: vertical.

Longitud del cuello de cisne: (50cm).

(*): Estos envases son de menor peso; ya que son viales, es decir envases de menor tamaño usados de acuerdo a la disponibilidad de materiales presentes en el centro de investigaciones químicas a la hora de la extracción.

FIGURA 4.2 VARIACION DEL RENDIMIENTO EN FUNCION DEL TAMAÑO DE CARGA



4.4 OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES A PARTIR DE DIFERENTES ESPECIES BAJO CONDICIONES CONTROLADAS DE OPERACIÓN.

Las propiedades físico-químicas obtenidas experimentalmente en el aceite esencial de eucalipto tanto a nivel de laboratorio como a nivel piloto muestran los siguientes resultados:

Densidad: 0,882g/ml

pH: 4,88

$\eta_d^{20^\circ\text{C}}$: 1,4783 \pm 0,0002

Los cuales se encuentran muy cercanos a los rangos y valores reportados por la bibliografía. (Ver apéndice F), específicamente la densidad se encuentra con una desviación del valor real del 3%.



En cuanto a los resultados cromatográficos del aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor tanto a nivel de laboratorio como a nivel piloto, se puede mencionar que se lograron identificar en mayor proporción los siguientes compuestos: p-cimeno, γ -terpineno, D-limoneno, β -pineno, eucaliptol(1,8 cineol) β -Cimeno y α -pineno. Cuyos resultados se pueden observar en la Tabla 4.5 y 4.6; así como dichos cromatogramas en el apéndice D.

Encontrándose que el terpeno conocido como eucaliptol (1,8 cineol) que es el principal componente del aceite esencial de eucalipto se encuentra en mayor proporción en las muestras obtenidas a nivel de laboratorio, con 16,44% de área.

TABLA 4.5 REPORTE CROMATOGRÁFICO PARA LA EXTRACCION DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA A NIVEL DE LABORATORIO.

Compuesto	Tiempo de Retención ($t_R \pm 0,001$)min	Área bajo el Pico Detectado ($A \pm 0,01$)
γ -Terpineno	10,181	33,41
D-Limoneno	9,207	23,88
Eucaliptol	9,303	16,44
β -Cimeno	9,029	10,32
α -Pineno	6,315	8,05
Terpinoleno	11,034	2,36

TABLA 4.6 REPORTE CROMATOGRÁFICO PARA LA EXTRACCION DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA A NIVEL DE PLANTA PILOTO.

Compuesto	Tiempo de Retención ($t_R \pm 0,001$)min	Área bajo el Pico Detectado ($A \pm 0,01$)
p-Cimeno	9,056	47,00
β -Pineno	7,552	20,32
Limoneno	9,174	18,81
α -Pineno	6,297	4,53
Myrtenol	14,731	2,36
Eucaliptol	9,250	0,77

Verificándose una diferencia en los compuestos químicos obtenidos tanto a nivel de laboratorio como de planta piloto, donde sorprendentemente a nivel de planta piloto, el p-cimeno en lugar de derivados oxigenados (1,8 Cineol) se formó con un rendimiento cuantitativo considerable y aun bajo condiciones suaves (0,1 bar, 92°C), es decir la ruta alternativa para producir p-cimeno a partir de terpenos que tienen una estructura similar resulta ser muy atractivo debido a su ventaja de selectividad, ocurriendo entre ellos una deshidrogenación oxidativa aeróbica de γ -terpineno producido en el sistema, donde las cantidades del oxígeno consumido en esta reacción corresponden a las cantidades del p-cimeno formado.



FIGURA 4.3 MECANISMO DE CONVERSIÓN DE γ -TERPINENO A P-CIMENO

Una posible razón puede ser la temperatura de reacción, la cual influye significativamente en la conversión y la selectividad de formación de algunos terpenos, así como el pH o condiciones del medio donde se encuentren. También dentro de los resultados cromatográficos es necesario acotar que aun cuando los compuestos α y β -pinenos son monoterpenos bicíclicos, ampliamente utilizados en las industrias de fragancia y el sabor, constituyentes de la madera y el aceite de una extensa variedad de plantas; es decir materia prima para la síntesis de productos de alto valor agregados, su conversión aumenta rápidamente con un aumento en la temperatura de reacción, se estima que desde 34% a 273°K a 98% a 310°K.

La conversión se puede atribuir a la estabilidad del carbocatión polar por la interacción de las especies cargadas positivamente con el par de hidrógeno libre de electrones, lo que favorece la conversión o transformación de los pinenos.

Es necesario mencionar que las altas conversiones y excelente selectividad hacia el producto *p*-cimeno, evitando otros productos deseables, se cree que es debido al calentamiento acelerado y las velocidades de reacción, así de esta manera se encuentra la transformación del eucaliptol (1,8 Cineol), mostrado de forma general en el siguiente mecanismo

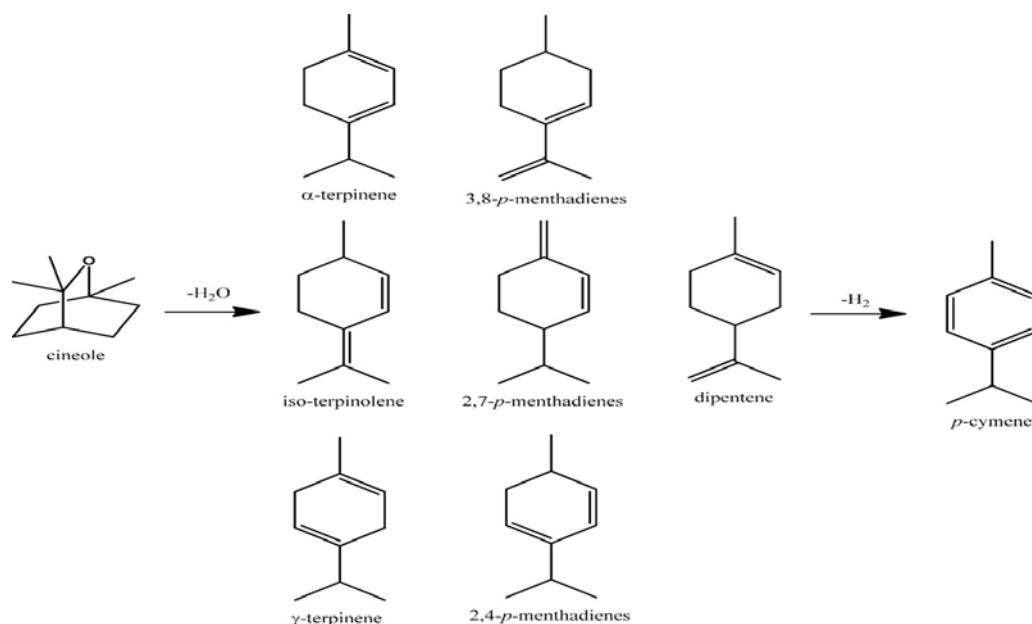


FIGURA 4.4.- MECANISMO DE CONVERSIÓN DEL EUCALIPTOL (1,8 CINEOL).



La secuencia de reacción propuesta para la transformación de Cineol en p-cimeno, se plantea de la siguiente manera: la reacción inicial implica la ruptura de los enlaces más débiles C-O en el Cineol (apertura del anillo del enlace C-O lleva p-menthen-8-ol), seguido por el paso rápido la deshidratación para formar una di-olefina, posteriormente una etapa de deshidrogenación para producir una mezcla de isómeros doblemente insaturados y en el paso final, deshidrogenación y reordenación de los dobles enlaces para producir una gama de terpenos y p-cimeno, es decir la reacción transcurre a través de la deshidratación, deshidrogenación e isomerización tanto con la deshidratación y la isomerización siendo favorecida en muchos casos por catalizadores ácidos, tales como alúmina.

Además de la extracción de aceite esencial de eucalipto, en la planta piloto también se realizó utilizando el método Soxhlet Hexano obteniéndose un rendimiento del 30% y un porcentaje de eucaliptol en los análisis cromatográficos 14,77% de área bajo el pico(ver Apéndice D) el cual es mayor al reportado en la bibliografía.

TABLA 4.7 RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO MEDIANTE EL MÉTODO SOXHLET CON HEXANO

Nº de Muestra	Masa del Balón Vacio ($M_{Bv} \pm 0,0001$)g	Masa de Muestra de Eucalipto ($M_m \pm 0,0001$)g	Masa Final del Balón ($M_{FB} \pm 0,0001$)g	Rendimiento ($R\% \pm 0,002$)
1	99,4316g	4,9989g	101,0682g	32,739
2	136,4316g	5,2770g	137,9316g	28,425
3	98,5282g	5,2257g	100,0598g	29,309

Adicionalmente al estudio experimental del eucalipto se realizó a nivel de planta piloto la extracción con cáscaras de naranja y toronja (Martinica), obteniéndose ambos aceites de color transparente y con olor característico al cítrico correspondiente. En cuanto al rendimiento o porcentaje de extracción obtenidos en ambos aceites esenciales, se obtuvo para el aceite esencial de naranja, con la cual solo se hizo una muestra ya que no es tiempo de zafra del fruto; un resultado de $2,329 \pm 0,002\%$ y para el aceite esencial de martinica (ver tabla 4.7), se obtiene un valor promedio de $0,546\%$, los cuales se encuentran ambos valores dentro del rango establecido por la bibliografía; es decir para cítricos $0,2-4\%$, es necesario mencionar que los rendimientos más elevados se obtendrán siempre de las frutas frescas, recién recogidas y que hayan experimentado menos golpes y magullamiento, en este trabajo las extracciones de cítricos fueron limitadas por no disponer de suficiente materia prima, ya que no es tiempo de zafra de los mismos.

TABLA 4.8 RESULTADOS EXPERIMENTALES Y RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE MARTINICA MEDIANTE ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA A NIVEL DE PLANTA PILOTO

Experimento	Masa de la muestra ($m_M \pm 1g$)	Masa de Envase Vacío ($m_{EV} \pm 0,001g$)	Masa de Envase con Extracto ($m_{EE} \pm 0,001g$)	%Rendimiento ($R \pm 0,002$)%
1	800	24,583	29,230	0,581
2	800	11,837	16,200	0,545
3	474	11,551	13,980	0,512

Temperatura Ambiente: $(24 \pm 1) ^\circ C$

Presión de Vapor $(0,1 \pm 0,1)$ bar.

Temperatura a la cual se recolecto la primera gota de condensado: $(94 \pm 1) ^\circ C$

Tiempo de Extracción: (90 ± 1) min.

4.5.- Evaluación del Costo-Beneficio

4.5.1 Costos

A continuación se presentan los costos asociados a los equipos más importantes, así como accesorios o materiales en general que conforman la planta de extracción a escala piloto, es necesario acotar que parte de los equipos fueron adquiridos con ingresos propios, así como donaciones y/o financiamiento de algunos entes tales como la Dirección de Administración de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Carabobo.

TABLA 4.9 RELACION DE GASTOS EN ADQUISICION DE EQUIPOS Y/O ACCESORIOS

EQUIPO y/o ACCESORIOS	MONTO EN \$	MONTO EN Bs.
Reactor o Alambique	Donado(*)	Donado (*)
Cesta	116,3	500
Condensador	575	2470
Cuello de cisne con acoples	37	160
Separador de Aceite o Florentino	465	2000
Resistencia 1500w con termostato	46,5	200
Termómetro, manómetro, tuberías, mangueras, válvulas y conexiones.	90	387
TOTAL	1329,8\$	5717

Para la estimación de los costos asociados a la puesta en marcha y operación, se consultaron con tres empresas encargadas de la fabricación, venta y servicio de plantas de extracción y/o destilación, VEMECA.C.A, INGEPROCAR, y FABREMAQ,



las cuales afirman que dichos costos se encuentran entre el 5-8% del costo total de la planta.

En cuanto los costos de materia prima van a depender del tipo que se utilice para el proceso de extracción, de la temporada y de los proveedores, debido a que sufren variaciones de costos al ser cultivados o producidos fuera del tiempo de cosecha.

(*) El reactor o alambique fue donado a la Dra. Germania Marquina, por el Profesor Rafael Solórzano (+).

4.5.2 Beneficios

- Implementación de equipos que permitan el desarrollo de nuevos estudios y que a la vez impliquen la interacción de la ingeniería química con áreas afines.
- Método industrial y de laboratorio, que permite obtener aceites esenciales libre de solventes orgánicos.
- Aprovechar la biodiversidad existente (especies oriundas y aclimatadas), centrando la atención en la investigación de especies nativas promisorias, desarrollando nuevos productos a partir de ellas.
- Capacitación de empresarios, campesinos y comunidad en general, interesados en incursionar en la cadena productiva de aceites esenciales en sus diferentes etapas.
- La extracción por arrastre de vapor es un proceso de extracción muy limpio amigable del ambiente que asegura un producto de buena calidad.

Es necesario acotar que la razón costo-beneficio es un modelo de evaluación que se usa para medir el atractivo económico de un proyecto público, y se expresa como:

$$R_{B-C} = \frac{\textit{Beneficio para los usuarios}}{\textit{Costo para el estado}}$$

El cual se justifica siempre y cuando $R_{B-C} \geq 1$. Sin embargo existen casos donde no es posible cuantificar los flujos monetarios del beneficio percibido, por lo que no se puede realizar según la razón beneficio-costos anterior.



CONCLUSIONES

Respecto a las condiciones experimentales:

- Las condiciones de la materia prima (hojas de eucalipto) utilizadas a cualquier escala deben ser hojas con un porcentaje de humedad entre (10-20) % y cortadas a un tamaño de partícula de 1x2cm.
- Las temperaturas que se utilizaron para la extracción, tanto a nivel de laboratorio como a nivel piloto fueron de 92 °C para el vapor para arrastre y entre (0-15) °C para el agua de enfriamiento, estas fueron las necesarias para evaporar el aceite y no dañar las hojas de eucalipto, y para condensar el aceite esencial.

Sobre las condiciones óptimas de operación y materia prima:

- La versatilidad de la planta permite procesar una gran variedad de tipos de materia prima en el área de aceites esenciales.
- Las variables óptimas utilizadas para obtener un mayor rendimiento en la planta piloto de arrastre con vapor de agua; es un tamaño de partícula de 1x2cm, un tiempo de extracción de 1,5hora (90min), y un tamaño de carga o lote de 900 gramos; específicamente con hojas de eucalipto.

En cuanto al diseño y puesta en marcha de la planta piloto:

- La planta piloto está constituida de un reactor o alambique con un volumen de 32L, con una resistencia incorporada de 1500watt, un cuello de cisne de 1/2plg y 50cm de largo, un condensador de tubo ($D_i=1/2plg$) y coraza ($D_i=5,07plg$) de un paso (1-1) por ambos lados, arreglo a cuadros y material en acero inoxidable; así como de un decantador primario o vaso florentino de 1,5L de capacidad.
- El mayor rendimiento que se obtuvo de la extracción de aceite esencial de eucalipto por medio de arrastre con vapor a nivel de planta piloto, fue de $(0,805\pm 0,002)$ %.

En referencia a los aceites esenciales extraído:

- Los aceites esenciales de eucalipto presentan variaciones en la intensidad de su coloración, siendo la más predominante amarillo pálido con un olor penetrante y algo característico de eucalipto, igualmente Las propiedades físico-químicas



obtenidas experimentalmente en el aceite esencial de eucalipto fueron.
Densidad: 0,882g/ml, pH: 4,88, $n_d^{20^\circ\text{C}}$: 1,4783 adm.

- El Eucaliptol se encuentra en mayor proporción en el aceite esencial extraído a nivel de laboratorio con 16,44% de área bajo el pico mientras en la planta piloto el rendimiento fue de 0,99%.
- El aceite esencial de cítricos obtenido posee buenas propiedades organolépticas (aroma del fruto) y color transparente y el mayor rendimiento fue de $(2,329 \pm 0,002)$ %.

En referencia a los costo-beneficio

- Este equipo de destilación podría ser usado para la capacitación de empresarios, campesinos y comunidad en general, interesados en incursionar en la cadena productiva de aceites esenciales en sus diferentes etapas.
- El trabajo de grado brinda alternativas para el aprovechamiento de las especies oriundas y aclimatadas; así de esta manera se estaría repercutiendo a corto y mediano plazo, positivamente en la calidad de vida de las comunidades involucradas fortaleciendo sus sistemas de producción y de economía.



RECOMENDACIONES

- Se sugiere hacer un estudio para determinar la cantidad de aceite esencial de eucalipto, así como de los cítricos usados, que se quedan en el hidrolato, después de la extracción por arrastre con vapor, para mejorar el rendimiento y la rentabilidad de la extracción de aceite esencial crudo.
- Se sugiere colocar una trampa en frío al momento de recolectar el aceite esencial, incluso de ser necesario agregar soluciones que permitan neutralizar el medio.
- Se aconseja realizar los análisis cromatográficos lo más rápido posible después de extraído el aceite esencial y así evitar la descomposición o transformación del mismo.
- Se sugiere realizar un diseño experimental para la optimización de la extracción de aceite esencial de arrastre con vapor a nivel de planta piloto de cualquier especie.
- Es aconsejable establecer relaciones con una empresa en el área de jugos, específicamente de cítricos, con el fin que puedan ser aprovechadas las cáscaras o conchas desperdiciadas por dicha empresa como materia prima para la extracción de aceites esenciales.



REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1]. **ALBARRACÍN, G y GALLO, S** (2003) “Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando *piper aduncum* (cordoncillo) procedente de la zona cafetera” Universidad Nacional de Colombia sede Manizales Ingeniería Química.

[2]. **ARRAIZA, M.** [Artículo en Línea]. (2009). <http://www.Uso Industrial de Plantas Aromáticas y Medicinales>. [Consulta: 2011, Abril 15].

[3]. **BANDONI, A** (2002). “Recursos Vegetales y aromáticos en Latinoamérica”. (4^a. Ed.). Buenos Aires. Argentina.

[4]. **CERPA, M** (2007). “Hidrodestilación de aceites esenciales: modelado y caracterización”. Universidad de Valladolid. Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. España.

[5]. **DURAN, A y MONTEAGUDO, J** (2003). Fundamentos Químicos de la Ingeniería (Guía de prácticas de laboratorio). México.

[6]. **FONTECHA, R y Otros.** (2007). Diseño y construcción de un equipo de Destilación para la extracción de aceites Esenciales, usando los métodos de Hidrodestilación, arrastre con vapor y Destilación agua / vapor. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Fisicomecánica. Escuela de Ingeniería Mecánica Bucaramanga. [Documento en Línea]. [Consulta: 2010, Noviembre 5].

[7]. **IRIARTE, K y Otros** (2003). Extracción de la naringina a partir del pomelo (*Citrus paradís*) .Universidad Mayor de San Simón. Facultad de Cs. Farmacéuticas y Bioquímica. Cochabamba. Bolivia.

[8]. **KERN, D** (2003). “Procesos de Transferencia de Calor”. Cecsca, Compañía Editorial Continental. México.



[9]. **MEHREZ, R y CHEDLY, T** (2005). “The kinetic modeling of a steam distillation unit for the extraction of aniseed (*pimpinella anisum*) essential oil”. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*.

[10]. **MONTES, E y Otros** (2006). Dimensionamiento de un intercambiador de calor de tubo y coraza para fluidos no newtonianos por los métodos de Kern y Tinker. Universidad de Córdoba.

[11]. **MORENO, J y Otros** (2010). Modelación y optimización del proceso de extracción de aceite esencial de eucalipto (*Eucalyptus globulus*). Universidad Nacional de Trujillo, Perú.

[12]. **PAVAS, E y VEGA, A** (2005) “Evaluación a escala de planta piloto del proceso industrial para la obtención de aceite esencial de cardamomo, bajo la filosofía “cero emisiones” grupo de investigación procesos ambientales y biotecnológicos universidad eafit, Medellín Colombia.

[13]. **PÉREZ, C y TORRES L** (2005). Lineamientos metodológicos para la redacción y elaboración del plan de trabajo. Universidad de Carabobo. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. Valencia, Venezuela.

[14]. **PIEDRASANTA, R** (1997). Extracción de aceite esencial de romero con la aplicación del método de destilación por arrastre de vapor, variando los tamaños de batch a partir de pruebas a nivel de laboratorio y pruebas a nivel de planta piloto. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.



[15]. **QUEZADA, A** (2008). Evaluación del rendimiento de extracción del aceite esencial crudo de orégano (*Lippia graveolens*) proveniente de dos zonas de distinta altitud, por medio del método de arrastre de vapor a nivel planta piloto. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.

[16]. **STASHENKO, E** (2004). “Estudio integral de especies aromáticas y medicinales tropicales promisorias para el desarrollo competitivo y sostenible de la agroindustria de esencias, extractos y derivados naturales en Colombia”._Centro de Investigación en Biomoléculas, Escuela de Química, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga- Colombia.

[17]. **TRIMM, D** [Artículo en Línea]. (2011). http://www.journal_home_page:www.elsevier.com/locate/cattod. [Consulta: 2012, Abril 05].

[18]. **Ultimate Citrus**. [Artículo en Línea]. (2001) Citrus Links. Disponible en <http://www.ultimatecitrus.com>. [Consulta: 2010, Octubre 29]

[19]. **Universidad de Antioquía**. [Artículo en Línea](1997). Estudio sobre aceites esenciales. Disponible en: <http://www.quimbaya.udea.edu.com>. [Consulta: 2010, Octubre 29]

[20]. **VALDERRAMA, J.** (2011). Apuntes de Termodinámica. <http://www.citrevistas.cl/termo/termo.htm>. Universidad de la Serena, Chile. [Consulta: 2011, Abril 10].

[21]. www.bilbo.edu.uy. [Consulta: 2011, Febrero 5]

[22]. **WELTY, J** (1995) “Transferencia de Calor aplicada a la Ingeniería. Limusa, Noriega Editores. Balderas, México. D.F.

[23] **ZAMBRANA, E. y HINOJOSA, N.** (1996). VII CONGRESO NACIONAL DE RECURSOS NATURALES AROMÁTICOS Y MEDICINALES. Anales de SAIPA - Sociedad Argentina para la Investigación de Productos Aromáticos. Volumen XIV.



APÉNDICES



APÉNDICE A

Calculo de la Humedad y tablas modelos

CÁLCULO DE LA HUMEDAD

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Pérdida de Masa}}{\text{Masa de la Muestra}} \times 100 \quad (1)$$



Donde:

H= % Humedad.

P_M = Pérdida de Masa.

M_M = Masa de la Muestra.

$$P_M = M_M - M_{FM}$$

M_M = Masa de la Muestra de Hojas de Eucalipto.

M_{FM} = Masa Final de la Muestra.

$$P_M = 4,9998g - 4,4429g = 0,5569g$$

$$H = \frac{P_M}{M_M} \times 100$$

$$H = \frac{0,5569g}{4,9998g} \times 100 = 11,1384$$

CÁLCULO DEL ERROR

$$\%H = \frac{P_M}{M_M} \times 100$$

$$\Delta H = \left| \frac{2H}{2P_M} \right| \cdot \Delta P_M \times 100 + \left| \frac{2H}{2M_M} \right| \times \Delta M_M \times 100$$

$$\Delta H = \left(\frac{1}{M_M} \right) \times \Delta P_M \times 100 + \left(\frac{P_M}{(M_M)^2} \right) \Delta P_M \times 100 \quad (2)$$

$$\Delta H = \left(\frac{1}{4,9998} \right) \cdot 0,0001 \times 100 + \left(\frac{0,5569}{(4,9998)^2} \right) \cdot 0,0001 \times 100$$

$$\Delta H = 0,002 + 0,0002 = 0,0022 \approx 0,002$$

$$H = 11,138 \pm 0,002$$

TABLA A.1. RECOLECCION DE DATOS PARA CALCULAR PORCENTAJE DE HUMEDAD DE HOJAS DE EUCALIPTO



Nº	Masa de Pesa Filtro Vacio $M_{PF} \pm 0,0001g$	Masa de la Muestra Hojas de Eucalipto $M_M \pm 0,0001g$	Masa Final de Muestra de Hojas de Eucalipto Añadida $M_{FM} \pm 0,0001g$	Perdida en Masa $P_M \pm 0,0001g$	Porcentaje % Humedad $\% H \pm 0,002$
1	77,9312	4,9998	4,4429	0,5569	11,138
2	70,0825	2,0892	1,8715	0,2177	10,420

TABLA A.2 TABLA MODELO DE DATOS EXPERIMENTALES Y PORCENTAJE DE RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE LABORATORIO.

Experimento	Masa de Muestra $(m_M \pm \Delta m_M)g$	Masa de Envase Vacio $(m_{EV} \pm \Delta m_E)g$	Masa de Envase con extracto $(m_{EE} \pm \Delta m_{EE})g$	Rendimiento $(\% R \pm \Delta R)\%$	Rendimiento Promedio $(\% R \pm \Delta R)\%$
1					
2					
3					

Temperatura: $(T \pm \Delta T) ^\circ C$

Materia Prima:

Cantidad de materia prima usada por experimento: $(mp \pm \Delta m p) g$.

Temperatura a la cual se recolectó la primera gota de condensado: $(Tc \pm \Delta Tc) ^\circ C$

TABLA A.3 TABLA MODELO PARA LOS RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE LABORATORIO VARIANDO EL TAMAÑO DE PARTICULAS



Experimento	Tamaño de Partícula (L ₁ X L ₂) cm ²	Rendimiento (R±ΔR)%
1		
2		
3		
4		

Temperatura Ambiente: (T ± ΔT) °C

Masa de la Muestra de Eucalipto: (m_M±Δ m_M)

Temperatura a la cual se recolectó la primera gota de condensado: (T ± ΔT) °C

Presión de Vapor: (P_v±Δ P_v).

TABLA A.4 TABLA MODELO PARA LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE PLANTA PILOTO, VARIANDO EL TIEMPO DE EXTRACCION



	Tiempo Extracción ($t \pm 1$) min	Masa de Envase Vacío ($m_{EV} \pm \Delta m_{EV}$)	Masa de Envase con Extracto ($m_{EE} \pm \Delta m_{EE}$)	
1				
2				
3				
4				
5				
6				

Temperatura Ambiente: ($T \pm \Delta T$) °C.

Masa de la Muestra Eucalipto: ($m_M \pm \Delta m_M$)

Temperatura a la cual se recolectó la primera gota de condensado: ($T \pm \Delta T$) °C

Presión de Vapor: ($P_v \pm \Delta P_v$).



TABLA A.5 TABLA MODELO PARA LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y RENDIMIENTO OBTENIDO EN LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO A NIVEL DE PLANTA PILOTO VARIANDO EL TAMAÑO DE CARGA

Experimento	Masa de Muestra ($m_M \pm \Delta m_M$)	Masa de Envase Vacio ($m_{EV} \pm \Delta m_{EV}$)	Masa de Envase con extracto ($m_{EE} \pm \Delta m_{EE}$)	Rendimiento ($R \pm \Delta R$)%
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				

Temperatura Ambiente Promedio: ($T \pm \Delta T$) °C

Masa de la Muestra Eucalipto: ($m_M \pm \Delta m_M$)

Temperatura a la cual se recolectó la primera gota de condensado: ($T \pm \Delta T$) °C

Presión de Vapor: ($P_v \pm \Delta P_v$).



APÉNDICE B

Calculo del Rendimiento o

Porcentaje de Extracción



CÁLCULO DEL RENDIMIENTO DE LA EXTRACCIÓN DE ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

Para ello se utiliza la siguiente ecuación:

$$\%Rend = \left(\frac{m_{EE} - m_{EV}}{m_M} \right) \times 100 \quad (3)$$

Donde:

%Rend: Porcentaje de rendimiento de la extracción (%).

m_{EV} : Masa del envase recolector vacío (g).

m_{EE} : Masa del envase recolector con el extracto (g).

m_M : Masa de la muestra (g).

Sustituyendo los valores en la ecuación (1), se tiene:

$$\%Rend = \left(\frac{2,544 - 2,331}{80,030} \right) \times 100$$

$$\% Rend = 0,26615\%$$

Buscando el error del valor, por derivadas fraccionadas:

$$\Delta \%Rend = \left| \frac{\partial \%Rend}{\partial m_{EV}} \right| \cdot \Delta m_{EV} + \left| \frac{\partial \%Rend}{\partial m_{EE}} \right| \cdot \Delta m_{EE} + \left| \frac{\partial \%Rend}{\partial m_M} \right| \cdot \Delta m_M$$

Derivando la Ecuación:

$$\Delta \%Rend = \left| \frac{-1}{m_M} \times 100 \right| \cdot \Delta m_{EV} + \left| \frac{1}{m_M} \times 100 \right| \cdot \Delta m_{EE} + \left| \frac{-(m_{EE} - m_{EV})}{m_M^2} \times 100 \right| \cdot \Delta m_M \quad (4)$$

Sustituyendo los valores se tiene:



$$\Delta\%Rend = \left| \frac{-1}{80,030} \times 100 \right| \cdot 0,001 + \left| \frac{-1}{80,030} \times 100 \right| \cdot 0,001$$
$$+ \left| \frac{-(2,544 - 2,331)}{80,030^2} \times 100 \right| \cdot 0,001$$
$$\Delta\%Rend = 0.0025 \approx 0.003$$

De esta manera, el valor de rendimiento queda reportado de la siguiente manera:

$$\% Rend = (0.266 \pm 0.003) \%$$



APÉNDICE C

Calculo del Diseño de Equipos

CÁLCULO DE PARÁMETROS DE LOS EQUIPOS

Dimensiones del Tanque de extracción.

$$D= 29\text{cm}$$

Volumen Zona1 (z_1)

$$V=\pi .r^2.h$$

$$V=\pi . (14,5\text{cm})^2 .46\text{cm}=\$$

$$V=30383,91\text{cm}^3$$

$$V=30\ 381$$

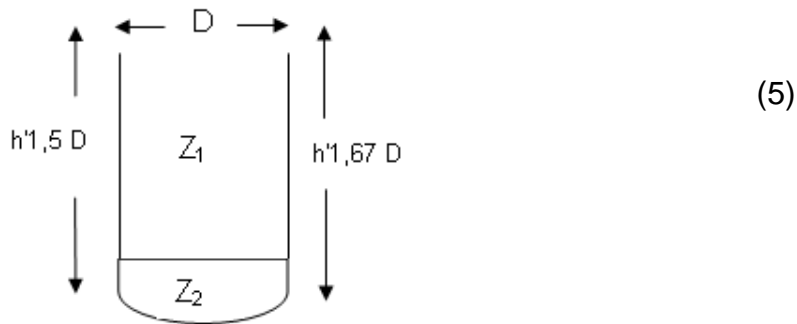


Figura C.1. Tanque de extracción.

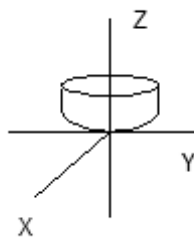
$$h = 1,67 (29\text{cm}) = 49,43 \approx 49\text{cm}$$

$$h' = 1,5 (29\text{cm}) = 43,5 \approx 44\text{cm}$$

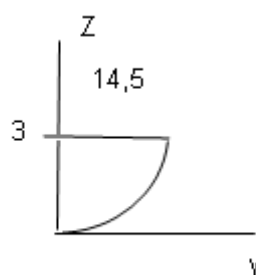
Fabricado en material Acero Inoxidable

Espesor $\approx 0,30\text{cm} = 3,0\text{mm}$

Para calcular el volumen en la zona 2 (Z_2) (circular), se hará por integración, a través del método de solido de revolución.



$$dV = \pi X \cdot y dz \quad (6)$$



$$Z = Ky^2 \quad (7)$$

$$3 = K(14,5)^2 \Rightarrow$$

$$K = \frac{3}{(14,5)^2} = 0,0143$$

$$z = 0,00143Y^2 \text{ despejando "y"}$$

$$y = \sqrt{\frac{z}{0,0143}}$$

$$z = Kx^2$$

$$K = \frac{z}{x^2} = \frac{3}{(14,5)^2} = 0,0143$$

$$z = 0,0143x^2 \Rightarrow x = \sqrt{\frac{z}{0,0143}}$$

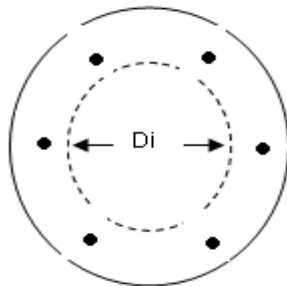
$$dV = \pi \cdot \frac{z}{0,0143} dz \Rightarrow \int dv = \frac{\pi}{0,0143} \int_0^3 z dz \quad (8)$$

$$V = \frac{\pi}{0,0143} \frac{z^2}{2} \text{ evaluando la ecuacion entre 0 y 3 nos da el siguiente resultado}$$

$$V = \frac{\pi}{0,0143} \frac{(3)^2}{2} = 988,61 \text{ cm}^3 = 0,988 \text{ L}$$

$$V_t = 30,38 \text{ L} + 0,988 \text{ L} = 31,37 \text{ L}$$

Brida del Tanque de extracción.



Di= Diámetro Interior= 29cm

De= Diámetro Exterior=35cm

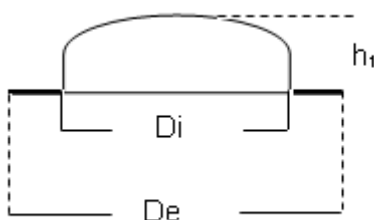
Material Acero Inoxidable.

Espesor $\approx 0,3 \text{ cm} = 3 \text{ mm}$

Soldada al reactor con 6 pernos ubicados diametralmente para sujetar la tapa del reactor y evitar fugas.

FiguraC.2 Brida del tanque de extracción.

Tapa del tanque de extracción:



$h_1 = 4,5 \text{ cm}$

De= 35 cm

Di= 29 cm

Material Acero Inoxidable

Espesor= 3mm

Posee 6 perforaciones o huecos en la tapa, que permiten ajustarla al reactor.

Figura C.3 Tapa del tanque de extracción.

Para el ajuste de la tapa se usan tuercas en forma de mariposa.

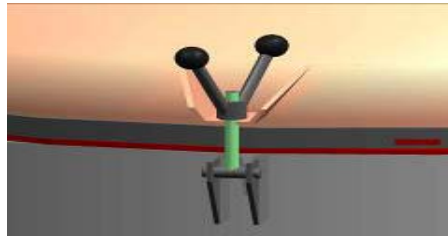


Figura C.4 Tuerca en Forma de Mariposa

Generación de Vapor

Para generar vapor se utilizó una resistencia de 1500watts y 120volts, colocada a una altura de 8cm como se muestra en la Figura C.5



Figura C.5 Resistencia

Cálculo de Dimensiones de la Cesta:

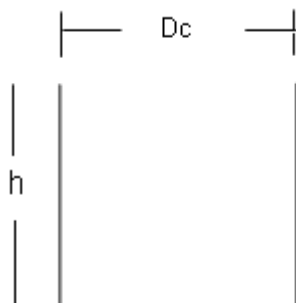


Figura C.6 Cesta

$$D_c = 26\text{cm}$$

$$H = 31\text{cm}$$

$$V = \pi r^2 h \quad (5)$$

$$V = \pi (13\text{cm})^2 \cdot 31\text{cm}$$

$$V = \pi \times 169\text{cm}^2 \times 31\text{cm} = 16458,80\text{cm}^3$$

$$V_{\text{cesta}} = 16,5\text{L}$$

Cálculos de las dimensiones del condensador

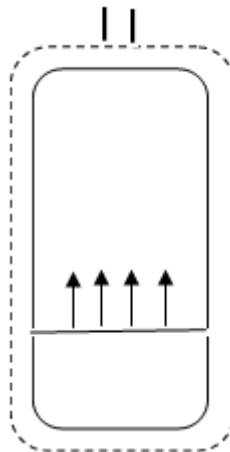


Figura C.7 Balance de Energía en el tanque de extracción.

Para calcular el flujo de vapor se realizará primeramente un balance de energía no estacionario en el reactor de la siguiente manera:

$$E_{\text{Acumulación}} = \dot{E}_{\text{Entrada}} - \dot{E}_{\text{Salida}} \quad (9)$$



$$\dot{E}_e = m_{cp}(T_{sal} - T_e) + 1500\text{watt} - h \quad (10)$$

$$m = V \cdot \rho = 7,5\text{L} \times \frac{1\text{Gal}}{3,785\text{L}} \times \frac{0,1337\text{ft}^3}{1\text{Gal}} \cdot 62,27 \frac{\text{Lbm}}{\text{ft}^3}$$

$$m = 16,41\text{Lbm}$$

$$C_p = 0,9997 \frac{\text{Btu}}{\text{Lbm}^\circ\text{F}}$$

$$\Delta T = (T_{sol} - T_e) = (212^\circ\text{F}) = 135^\circ\text{F} \quad (11)$$

$$E_e = 16,41\text{Lbm} \cdot 0,9997 \frac{\text{Btu}}{\text{lbm}^\circ\text{F}} 135^\circ\text{F} = 2214,69\text{Btu} + 1500\text{watt} - h$$

$$1500\text{watt} - h \times \frac{1\text{Btu}}{0,293\text{watt} - h} = 5119,45\text{Btu}$$

$$E_e = 2214,69\text{Btu} + 5119,45\text{Btu} = 7334,14\text{Btu}$$

$$E_{Salida} = m_v \Delta H_v \quad (12)$$

$$\Delta H_v = 970,3 \frac{\text{Btu}}{\text{lbm}}$$

$$E_{Salida} = m_v 970,3 \frac{\text{Btu}}{\text{lbm}}$$

$$E_{Acumulaci3n} = \frac{dE}{dt} = \frac{dQ}{dt} = \frac{mC_p dt}{dt}$$

Sabiendo $m = V\rho$, y que el volumen varia respecto al tiempo, entonces ser tendr3

$$\frac{dm}{dt} = \frac{\rho dV}{dt} \quad (13)$$



Como el líquido adopta la forma del recipiente que lo contiene, así el volumen V del líquido presente en el recipiente a tiempo t , es función de la altura del nivel del líquido h ; esto es $V = F(h)$, en este caso se tiene $dv = g(h)dh$.

La cantidad de líquido que se convierte en vapor y que sale en un dt , se determina por la relación $dv = A \cdot h \cdot dt$; donde A es el área de la sección del orificio de salida.

Considerando que C_p es constante y que $\frac{dt}{dt} = \Delta T$, es decir la variación de temperatura se mantiene constante.

$$\frac{dE}{dt} = \rho c_p A \frac{dh}{dt} At \quad (14)$$

$$A = \pi(0,5plg)^2 x \left(\frac{\Delta ft}{12plg} \right)^2 = 5,45x10^{-3} ft^2$$

$$\frac{dE}{dt} = 62,27 \frac{lbm}{ft^3} \cdot 0,9997 \frac{Btu}{lbm^{\circ}F} \cdot 5,45x10^{-3} ft^2 \cdot 135^{\circ}F \frac{dh}{dt}$$

$$\frac{dE}{dt} = 45,84 \frac{dh}{dt}$$

Realizando el Balance en general

$$45,84 \frac{dh}{dt} = 7334,14 - 970,3 \dot{m}v$$

Integrando

$$\int_{h_o}^{h_f} dh = \int_0^{1h} (160,01 - 21,17 \dot{m}v) dt$$

$$h_f - h_o = 160,01t - 21,17 \dot{m}v \cdot t$$

$$0,30 - 0,36 = 160,01(1h) - 21,17 \dot{m}v(1h)$$

$$21,17 \cdot \dot{m}v = 160,01 + 0,06$$

$$\dot{m}v = \frac{160,07}{21,17} = 7,6 \frac{lbm}{h}$$

$$\text{Flujo de Vapor} = \dot{m}_v = 7,6 \text{ lb/h}$$

Para el diseño del condensador es necesario tomar en cuenta los cambios de fase que experimenta el agua, tal como se muestra en la siguiente figura.

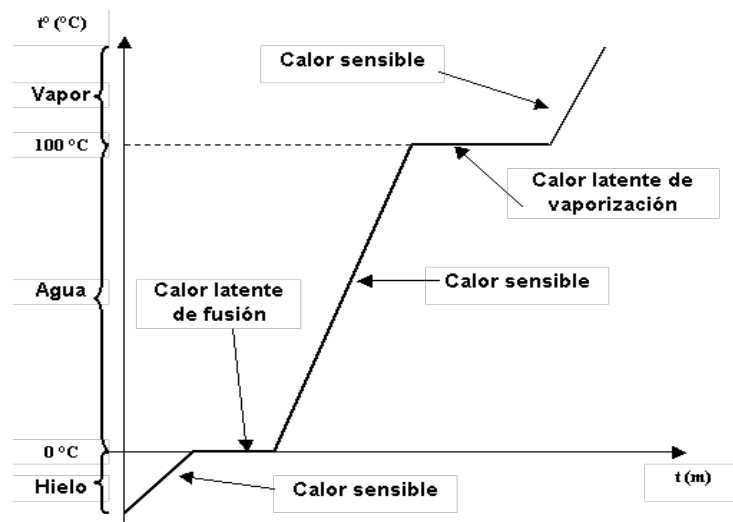


Figura C.8 Cambio de Calor del Agua

El condensador no solo debe condensar el vapor destilado, si no también garantizar que el condensado salga a una temperatura en la cual el aceite esencial y el agua se separen adecuadamente de acorde a sus densidades, requiriendo así una zona de subenfriamiento antes de salir, dividiendo el condensador en dos zonas; tratando cada zona como un intercambiador por separado. A cada zona es necesario calcularle su propio coeficiente global de transferencia, su diferencia media de temperatura y su área de transferencia, para finalmente sumar las áreas individuales obtenidas hallando así el área total del intercambiador. Los cálculos serán desarrollados teniendo en cuenta cada una de las zonas:

Zona de Sub-enfriamiento: agua/agua

Zona de Condensación: cambio de fase /agua

Considerando los siguientes valores de temperatura:

$$T_1 = \text{Temperatura Entrada de Vapor: } 100^{\circ}\text{C} = 212^{\circ}\text{F}$$

$$T_2 = \text{Temperatura Salida Condensado: } 30^{\circ}\text{C} = 86^{\circ}\text{F}$$

$$t_1 = \text{Temperatura Entrada Agua de Enfriamiento: } 25^{\circ}\text{C} = 77^{\circ}\text{F}$$

$t_2 = \text{Temperatura Salida Agua Enfriamiento} = \text{se calculó}$

$t' = \text{Temperatura Intermedia Agua Enfriamiento}$

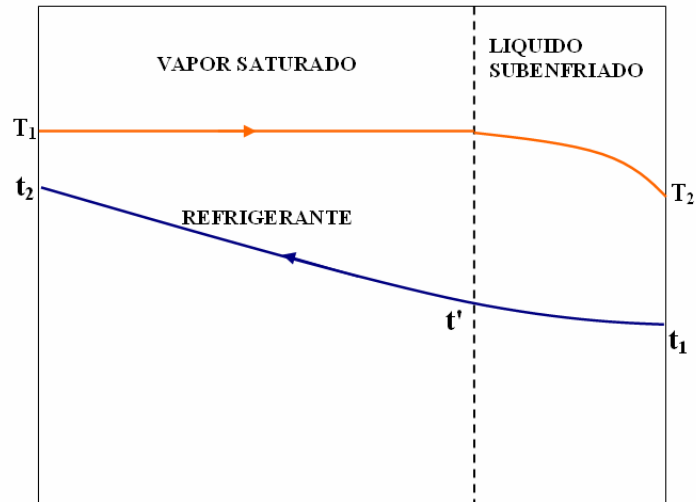


Figura C.9 Zona del Condensador o Intercambiador de Calor

$T_p = \text{Temperatura Promedio lado de los tubos.}$

$$T_p = \frac{T_1 + T_2}{2} = \frac{212^\circ\text{F} + 86^\circ\text{F}}{2} = 149^\circ\text{F} \quad (15)$$

$$C_p = 0,45 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}^\circ\text{F}}$$

Dentro del condensador se tendrá dos zonas, subenfriamiento y condensado

Calculo de calor en la zona de sub-enfriamiento: En esta zona se requiere bajar la temperatura del condensado de 100 C a 30 C. El refrigerante, en este caso agua, remueve calor sensible sub-enfriando el condensado.

$$Q_{Sub} = \dot{m}_v C_p (T_1 - T_2) \quad (16)$$

$$Q_{Sub} = 7,6 \frac{\text{lb}}{\text{h}} \cdot 0,45 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}^\circ\text{F}} (212^\circ\text{F} - 86^\circ\text{F})$$

$$Q_{Sub} = 430,92 \frac{\text{Btu}}{\text{h}}$$

Calculo t' (la cual se hace suponiendo C_{pc} y luego verificando con temperatura promedio entre t_1 y t')



$$t' = \frac{Q_{Agua}}{\dot{m}_c C_{p_c}} + t_1 \quad (17)$$

$\dot{m}_c = \text{Flujo masico por la coraza}$

Suponiendo que se trabajara con agua de chorro, sin ningún sistema de bombeo en el cual a través de ensayos prácticos se tiene:

$$\dot{m}_c = \frac{200 \text{ml}}{30 \text{seg}} \cdot \frac{1 \text{g}}{\text{ml}} \times \frac{1 \text{lb}}{453,6 \text{g}} \cdot \frac{3600 \text{seg}}{1 \text{h}} = 529,10 \frac{\text{lb}}{\text{h}}$$

Como $Q_{Sub} = Q_{Agua}$

$$t' = \frac{430,92 \text{ Btu/h}}{529,10 \frac{\text{lb}}{\text{h}} \cdot 0,999 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}^\circ\text{F}}}$$

$$t' = 0,82 + 77 = 77,82^\circ\text{F}$$

Calculo de Temperatura Media Logarítmica

$$LMTD = \frac{(212 - 77,82) - (86 - 77)}{\text{Ln} \frac{(212 - 77,82)}{(86 - 77)}} = 46,33^\circ\text{F} \quad (18)$$

$$A_{Sub} = \frac{Q}{u_{Asumido} \times LMTD} \quad (19)$$

$$A_{Sub} = \frac{430,92 \text{ Btu/h}}{43 \frac{\text{Btu}}{\text{hft}^2^\circ\text{F}} \cdot 46,33^\circ\text{F}} = 0,216 \text{ft}^2$$

Calculo del Área de Condensado: En esta zona se tiene un cambio de fase por lo cual el calor de condensación que se debe remover es un calor latente por parte del vapor.

$$Q_{cond} = m_v \cdot h_{fg} \quad (20)$$

$$Q_{cond} = 7,6 \frac{\text{lb}}{\text{h}} \cdot 970,3 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}} = 7374,28 \frac{\text{Btu}}{\text{h}}$$

Calculo de t_2 , a través de un tanteo con C_{pc} .



$$t_2 = \frac{Q_{cond}}{\dot{m}_c C_{pc}} + t' \quad (21)$$

$$t_2 = \frac{7374,28 \text{ Btu/h}}{529,10 \frac{\text{lb}}{\text{h}} \cdot 0,999 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}^\circ\text{F}}} + 77,82 = 13,97 + 77,82 = 91,77$$

$$t_2 = 91,77^\circ\text{F}$$

$$t_p = \frac{t' + t_2}{2} = \frac{169,59}{2} = 84,80^\circ\text{F}$$

$$LMTD = \frac{(212 - 77,82) - (212 - 91,77)}{\text{Ln} \left(\frac{212 - 77,82}{212 - 91,77} \right)}$$

$$LMTD = \frac{134,18 - 120,23}{\text{Ln} \left(\frac{134,18}{120,23} \right)} = 127,08^\circ\text{F}$$

$$A_{Cond} = \frac{7374,28 \text{ Btu/h}}{88 \frac{\text{Btu}}{\text{hFt}^2} \cdot 127,08^\circ\text{F}} = 0,66 \text{ft}^2$$

$$A_{Total} = A_{Sub} + A_{Cond} = \quad (22)$$

$$A_{Total} = 0,216 \text{ft}^2 + 0,66 \text{ft}^2 = 0,876 \approx 0,88 \text{ft}^2$$

$$A_{Total} = At_1 \times Nt_t \quad (23)$$

Calculo del Número Total de Tubos

$$Nt_t = \frac{A_{total}}{At_1}$$

$$At_1 = \pi \cdot r \cdot L_{real} \quad (24)$$

$$L_{real} = L_{Sup} - 2e_s \quad (25)$$

$$L_{real} = 40cm - 2x0,3cm = 39,4cm$$

$$At_1 = \pi \cdot 0,51cm \cdot 39,4cm = 63,13cm^2$$

$$At_1 = 63,13cm^2 \times \frac{1ft^2}{(30,48cm)^2} = 0,068ft^2$$

$$N_{tt} = \frac{0,88ft^2}{0,068ft^2} = 12,94 \approx 13tubos$$

Los tubos se colocaran en arreglo cuadrado, el cual presenta la ventaja de que es accesible para la limpieza externa y tienen pequeña caída de presión cuando el fluido fluye en la dirección transversal a los tubos, donde el espaciado de los tubos (P_t) es la distancia menor de centro a centro en tubos adyacentes.

Calculo de Dimensiones del Cuello Cisne:

$$d = \frac{1}{2} \text{ pulg} = 1,27cm$$

$$L = 50cm.$$

Volumen de la sección longitudinal:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot L$$

$$V = \pi \cdot (0,635cm)^2 \cdot 50cm = 63,34cm^3$$

Calculo del Vaso Florentino:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot h$$

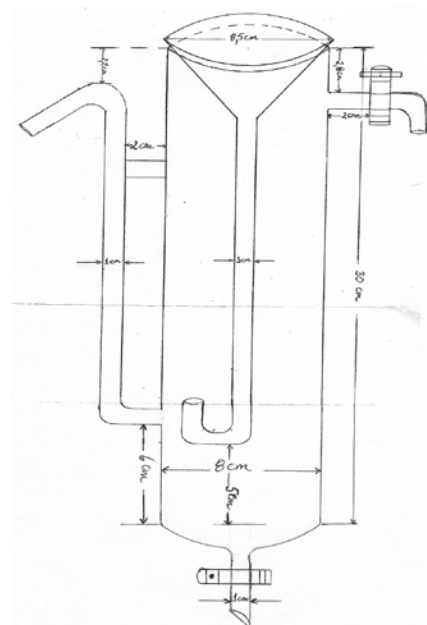
$$r = 4cm$$

$$h = 30cm$$

$$V = \pi \cdot (4cm)^2 \cdot (30cm) = 1507,96cm^3$$

$$V = 1,51L$$

Dimensiones del Embudo:



$$DE = 8,5cm$$

Volumen en la parte cónica:

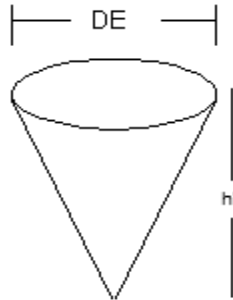


Figura C.10 Vaso Florentino

Figura C.11 Sección Cónica del Embudo

$$h' = 4cm$$

$$V = \frac{\pi}{3} \left(\frac{DE}{2} \right)^2 \cdot h' \quad (26)$$

$$V = \frac{\pi}{3} \left(\frac{8,5cm}{2} \right)^2 \cdot 4cm = 75,66cm^3$$

Volumen de la Sección Circular:

$$d = 1cm$$

$$L = 25cm$$

$$V_{sc} = \pi \cdot \left(\frac{d}{2} \right)^2 \cdot L$$

$$V_{sc} = \pi \cdot \left(\frac{1cm}{2} \right)^2 \cdot 25cm = 19,63cm^3$$

Volumen total del embudo:

$$V_t = 75,66cm^3 + 19,63cm^3 = 95,29cm^3$$



APÉNDICE D

Cromatogramas y cálculos de propiedades del

Aceite Esencial de Eucalipto



File :D:\Data\Productos Naturales\Eucalipto\EUCALIPTO 10082011 CLE
... ENGER.D
Operator : DAT
Instrument : GC-MSD 1
Acquired : 21 Oct 2011 18:25 using AcqMethod Terpenos.M
Sample Name: Aceite de eucalipto
Misc Info : eucalipto de Germania

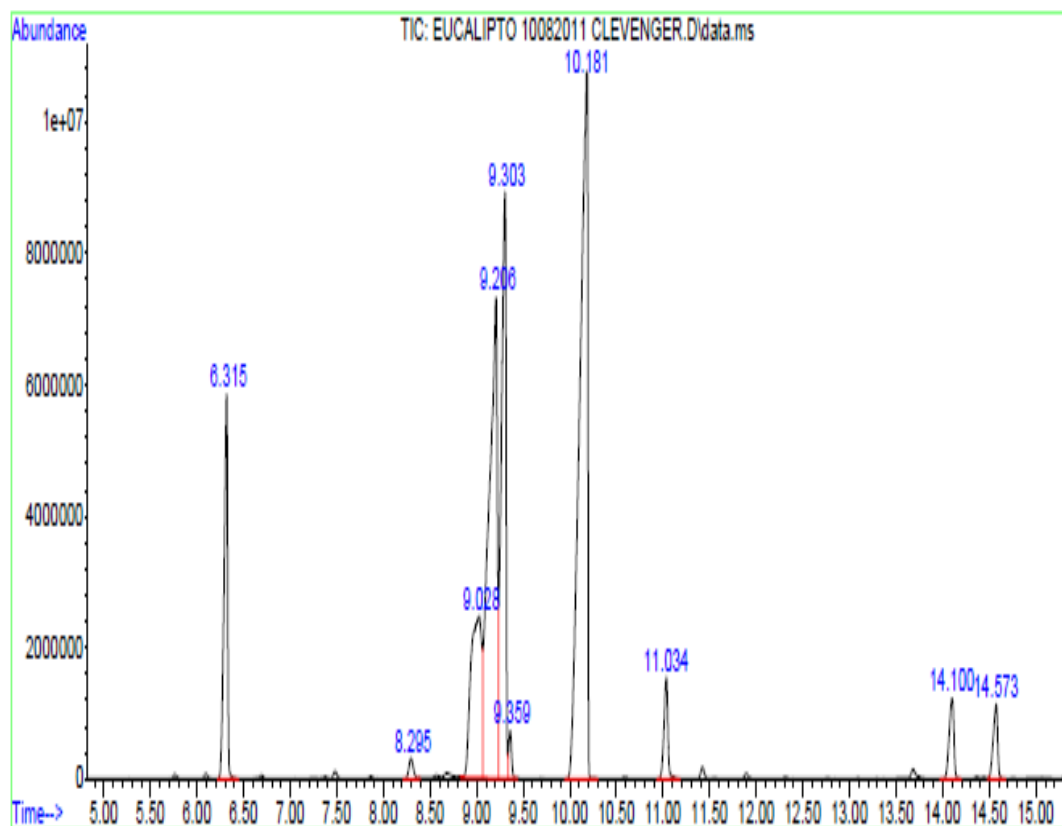


Fig. D.1.- Analisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor a nivel de laboratorio.



Tabla D.1.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto a nivel de laboratorio.

Library Search Report						
Data Path : D:\Data\Productos Naturales\Eucalipto\						
Data File : EUCALIPTO 10082011 CLEVENGER.D						
Acq On : 21 Oct 2011 18:28						
Operator : DAF						
Sample : Aceite de eucalipto						
Misc : eucalipto de Germania (Sig #1): (Sig #2)						
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1						
Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0						
C:\Database\demo.1 Minimum Quality: 0						
Unknown Spectrum: Apex						
Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e						
Ok#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	6.315	8.05	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene, 2,6,6-trimethyl-, (+/-)- 1R-.alpha.-Pinene .alpha.-Pinene	15376 15186 15178	002437-95-8 007785-70-8 000080-56-8	97 96 96
2	8.294	0.53	C:\Database\NIST05a.L .alpha.-Phellandrene .alpha.-Phellandrene .alpha.-Phellandrene	15203 15204 15205	000099-83-2 000099-83-2 000099-83-2	91 91 91
3	9.029	10.32	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)- Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-	14419 14423 14421	000527-84-4 000099-87-6 000535-77-3	95 94 91
4	9.207	23.88	C:\Database\NIST05a.L D-Limonene Limonene Limonene	15162 15153 15149	005989-27-5 000138-86-3 000138-86-3	94 91 89
5	9.303	16.44	C:\Database\NIST05a.L Eucalyptol Eucalyptol Eucalyptol	25509 25507 25508	000470-82-6 000470-82-6 000470-82-6	93 91 76
6	9.359	0.82	C:\Database\NIST05a.L 1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-, (E)- 1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-, (E)- 4-Carene	15285 15280 15150	003779-61-1 003779-61-1 1000150-36-1	97 95 91
7	10.181	33.41	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	15353 15347 15355	000099-85-4 000099-85-4 000099-85-4	94 94 94
8	11.034	2.36	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)- Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)- 1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	15340 15334 15357	000586-62-9 000586-62-9 000099-86-5	96 95 94
9	14.100	2.26	C:\Database\NIST05a.L 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)- 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)- 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	25750 25751 25784	000562-74-3 000562-74-3 020126-76-5	76 68 64
NPLM Fri Oct 21 18:55:29 2011						

File :D:\Data\Productos Naturales\Eucalipto\EUCALIPTO 06092011 68%
... 2.D
Operator : DAT
Instrument : GC-MSD 1
Acquired : 21 Oct 2011 16:13 using AcqMethod Terpenos.M
Sample Name: Aceite de eucalipto
Misc Info : eucalipto de Germania

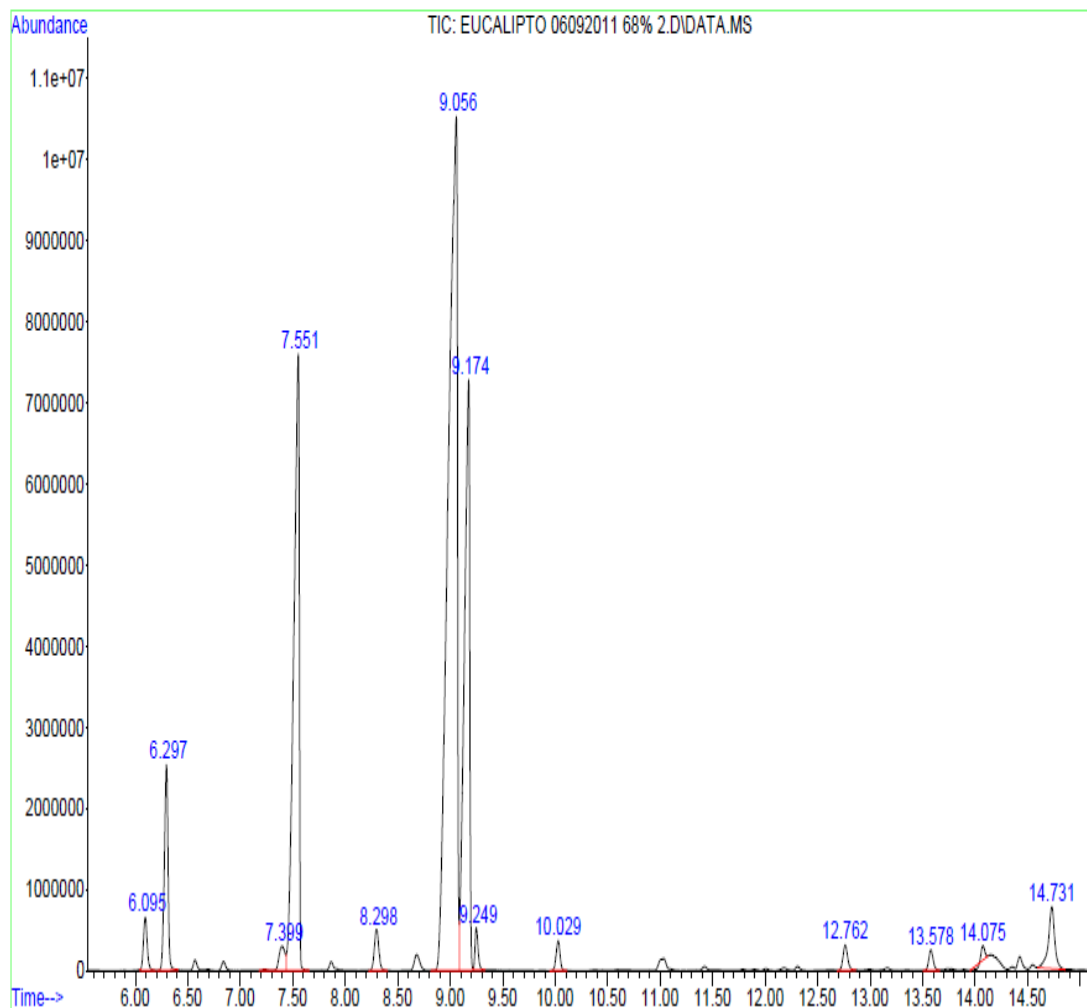


Fig. D.2.- Analisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante arrastre con vapor a nivel de planta piloto.

Tabla D.2.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto a nivel de planta piloto.



Data Path : D:\Data\Produtos Naturales\Eucalipto\
 Data File : EUCALIPTO_06092011_084 2.D
 Acq On : 31 Oct 2011 16:13
 Operator : DAP
 Sample : Aceite de eucalipto
 Misc : eucalipto de Germania
 ALS vial : 2 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0
 C:\Database\demo.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	6.095	1.19	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, dihydro deriv. Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-methylethyl)- .alpha.-Phellandrene	15391 15380 15204	058037-87-9 002867-05-2 000099-83-2	91 91 90
2	6.297	4.57	C:\Database\NIST05a.L 1R-.alpha.-Pinene .alpha.-Pinene 1R-.alpha.-Pinene	15186 15178 15188	007785-70-8 000080-56-8 007785-70-8	96 96 96
3	7.398	0.89	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)- Cyclopentene, 3-isopropenyl-5,5-dimethyl- 1R-.alpha.-Pinene	15373 15308 15186	003387-41-5 1000162-25-4 007785-70-8	94 90 90
4	7.552	10.51	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)- .beta.-Pinene .beta.-Pinene	15390 15171 15176	018172-67-3 000127-91-3 000127-91-3	97 96 94
5	8.298	1.11	C:\Database\NIST05a.L .alpha.-Phellandrene .alpha.-Phellandrene Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-	15202 15205 15380	000099-83-2 000099-83-2 002867-05-2	90 90 87
6	9.056	47.43	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)- Benzene, 1,2,3,4-tetramethyl-	14423 14424 14377	000099-87-6 000535-77-3 000488-23-3	95 94 91
7	9.174	18.98	C:\Database\NIST05a.L D-Limonene Limonene D-Limonene	15162 15154 15164	005989-27-5 000138-86-3 005989-27-5	94 94 89
8	9.250	0.77	C:\Database\NIST05a.L Eucalyptol Eucalyptol Eucalyptol	25508 25508 25508	000470-82-6 000470-82-6 000470-82-6	97 93 68
9	10.029	0.70	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	15355 15354 15353	000099-85-4 000099-85-4 000099-85-4	97 97 97
10	12.763	0.71	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexan-3-yl, 4-methyl	52731	003536-54-7	43
			ene-1-(1-methylethyl)-, acetate Bicyclo[3.1.1]heptan-3-yl, 6,6-dimethyl-2-methylene-, [1S-(1.alpha.,3.alpha.,5.alpha.)]- 3,4-dihydro-2H-pyrrole-2,5-dicarbo nitrile	24349 8830	000547-61-5 1000189-98-9	43 38
11	13.579	0.54	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[2.2.1]heptan-3-one, 6,6-dimethyl-2-methylene- Bicyclo[2.2.1]heptan-3-one, 6,6-dimethyl-2-methylene- 1-Methyl-3-(1'-methylcyclopropyl)cyclopentene	22918 22915 15331	016812-40-1 016812-40-1 103240-53-5	86 80 56
12	14.076	0.19	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- 3-Carene 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	15355 15151 15353	000099-85-4 013466-78-9 000099-85-4	86 60 50
13	14.731	2.38	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene-2-carboxaldehyde, 6,6-dimethyl- (1R)-(-)-Myrtenal Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene-2-carboxaldehyde, 6,6-dimethyl-	22935 22719 22936	000564-94-3 018486-69-6 000564-94-3	96 72 64

File : D:\Data\Productos Naturales\Eucalipto\SOXLET KEM 1 9.D
Operator : GAT
Acquired : 24 Oct 2011 18:31 using AcqMethod TERPENES.M
Instrument : GC-MSD 1
Sample Name: soxlet hex 1
Disc Info :
Tial Number: 1

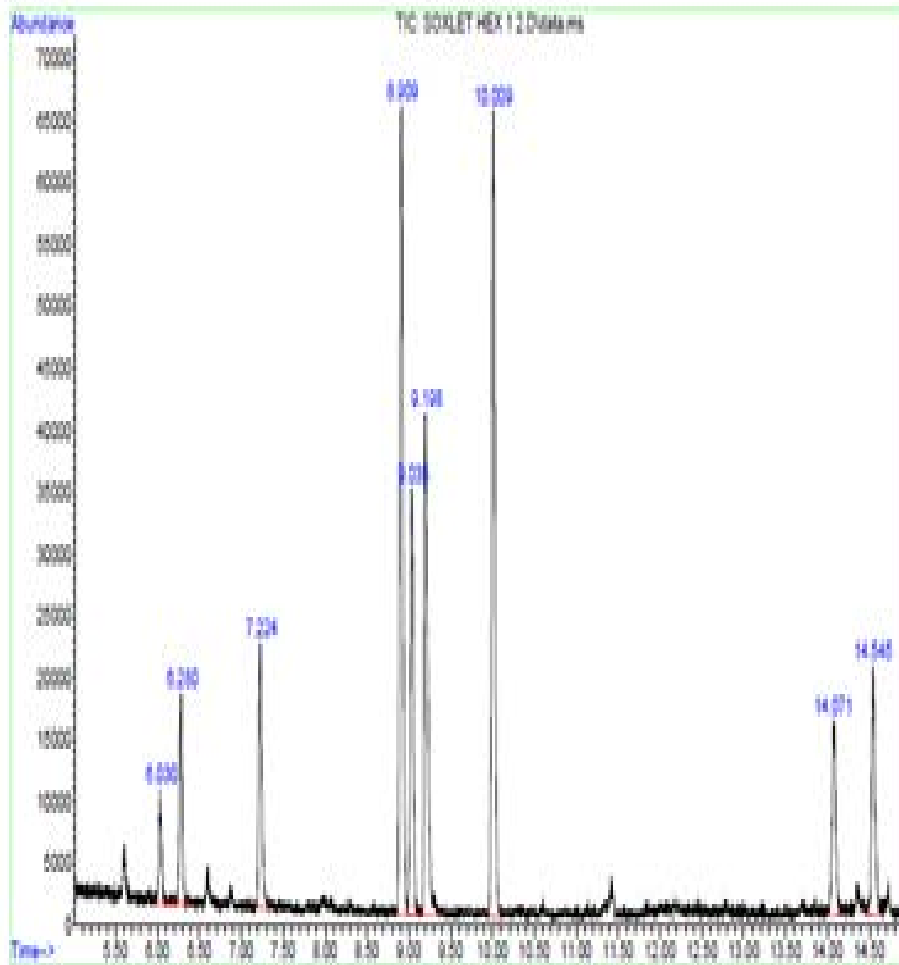


Fig. D.3.- Analisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante extracción Soxhlet.



Tabla D.3.- Tabla de datos del análisis cromatográfico del aceite esencial de eucalipto mediante extracción Soxhlet.

```

Data Path : D:\Data\Productos Naturales\Eucalipto\
Data File : SOXLET HEX 1 3.D
Acq On    : 24 Oct 2011  18:21
Operator  : DAT
Sample    : soxlet hex 1
Misc      :
ALS Vial  : 1   Sample Multiplier: 1

Search Libraries:  C:\Database\NIST05a.L           Minimum Quality:  0
                   C:\Database\demo.l           Minimum Quality:  0

Unknown Spectrum:  Apex
Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e
  
```

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	6.030	2.67	C:\Database\NIST05a.L 1,2,4,5-Tetraoxo, 1,4-dioctylhexahydro-38822 Oxirane, 2-methyl-3-propyl-, trans 3870 1,3,2-Oxathiazaborinane, 2-isopropyl 28666 -5-methyl- 110523-66-5	39 38 9	004541-13-3 006124-91-0 110523-66-5	39 38 9
2	6.279	5.00	C:\Database\NIST05a.L alpha.-Pinene .alpha.-Pinene .alpha.-Pinene	15346 15182 15178	000508-32-7 000080-56-8 000080-56-8	87 81 81
3	7.224	7.05	C:\Database\NIST05a.L beta-Pinene 2-Pentene, 4,4-dimethyl- Methoxyacetic acid, cyclohexyl est er	11197 3284 38305	1000113-52-1 026232-98-4 1000282-69-4	50 50 50
4	8.908	22.10	C:\Database\NIST05a.L o-Cymene Benzene, 4-ethyl-1,2-dimethyl- Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	14424 14401 14423	000535-77-3 000934-80-5 000099-87-6	94 94 94
5	9.035	11.84	C:\Database\NIST05a.L D-Limonene Limonene Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methyle theryl)-, (S)-	15164 15153 15359	005989-27-5 000138-86-3 005989-54-8	93 81 81
6	9.198	14.77	C:\Database\NIST05a.L Eucalyptol Eucalyptol Eucalyptol	25509 25507 25508	000470-82-6 000470-82-6 000470-82-6	97 96 86
7	10.009	21.90	C:\Database\NIST05a.L p-Terpinene 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1- methylethyl)- 1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1- methylethyl)-	15355 15347 15354	000099-85-4 000099-85-4 000099-85-4	97 94 93
8	14.071	6.71	C:\Database\NIST05a.L 4-Terpineol 1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-, (E)- 3-Carene	15355 15284 15151	000099-85-4 003338-55-4 013466-78-9	42 41 38
9	14.545	7.95	C:\Database\NIST05a.L alpha-Terpineol 3-Cyclohexene-1-methanol, .alpha., .alpha.,4-trimethyl-, (S)- Cyclohexene, 1-methyl-5-(1-methyle theryl)-, (R)-	25545 25845 15361	1000157-89-9 010482-56-1 001461-27-4	59 47 47



CÁLCULO DE LA DENSIDAD DEL ACEITE ESENCIAL DE EUCALIPTO

$$\rho = \frac{M_{pA} - M_{pV}}{V_p} \quad (27)$$

Donde:

ρ = densidad (g/ml)

M_{pA} = Masa del picnometro lleno de aceite (g)

M_{pV} = Masa del picnometro vacio (g)

V_p = Volumen del picnometro (ml)

$$\rho = \frac{26,5010g - 17,6810g}{10ml} = 0,8820g/ml$$

CALCULO DEL ERROR DE LA DENSIDAD

$$\Delta\rho = \left| \frac{\partial\rho}{\partial M_{pA}} \right| \Delta M_{pA} + \left| \frac{\partial\rho}{\partial M_{pV}} \right| \Delta M_{pV} + \left| \frac{\partial\rho}{\partial V_p} \right| \Delta V_p \quad (28)$$

$$\Delta\rho = \left| \frac{1}{V_p} \right| \Delta M_{pA} + \left| \frac{-1}{V_p} \right| \Delta M_{pV} + \left| \frac{-(M_{pA} - M_{pV})}{V_p^2} \right| \Delta V_p$$

$$\Delta\rho = \left| \frac{1}{10} \right| \times 0,0001 + \left| \frac{-1}{10} \right| \times 0,0001 + \left| \frac{-(26,5010 - 17,6810)}{(10)^2} \right|$$

$$\Delta\rho = 0,00882 \cong 0,01$$

$$\rho = (0,88 \pm 0,01)g/ml$$



CORRECCIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

$$n_d = n_{d'} + f(T' - T) \quad (29)$$

n_d = Índice de refracción a la temperatura de referencia T
indicada en la norma del aceite

$n_{d'}$ = Lectura tomada a la temperatura T' a la longitud
de onda de la banda d de la luz del sodio.

f = Factor de corrección específico en cada aceite
o producto aromático

$T = 20^\circ\text{C}$ o la temperatura indicada en la norma del aceite
o producto aromático.

T' = Temperatura a la que se efectuó la lectura.

$$n_{d20^\circ} = 1,4760 + 0,00045(25^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}) = 1,47825$$

$$n_{d20^\circ} = 1,4783 \pm 0,0002$$

APÉNDICE E

Diagramas de Flujo de la Extracción de Aceite Esencial con Arrastre de Vapor a Nivel de Laboratorio y a Nivel de Planta Piloto

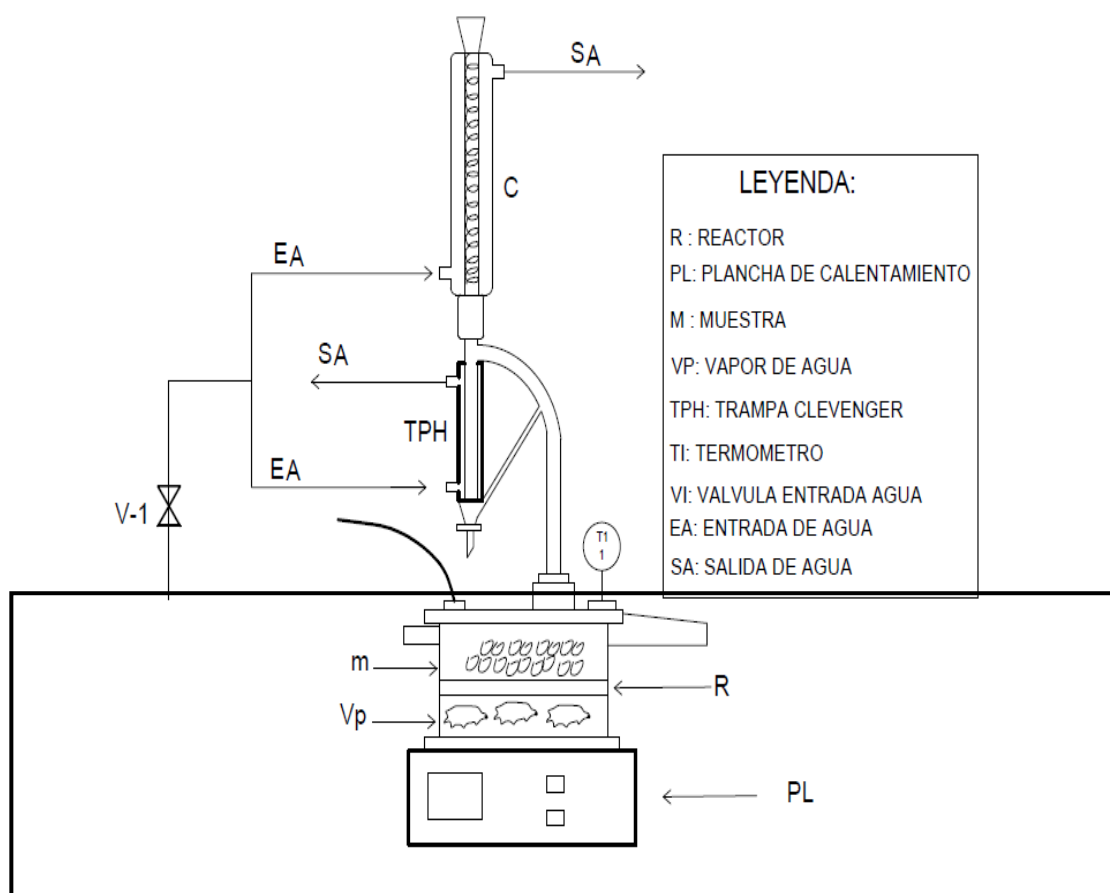




Fig. E.1.- Diagrama de flujo de la destilación de aceite esencial por arrastre con vapor de agua a nivel de laboratorio.

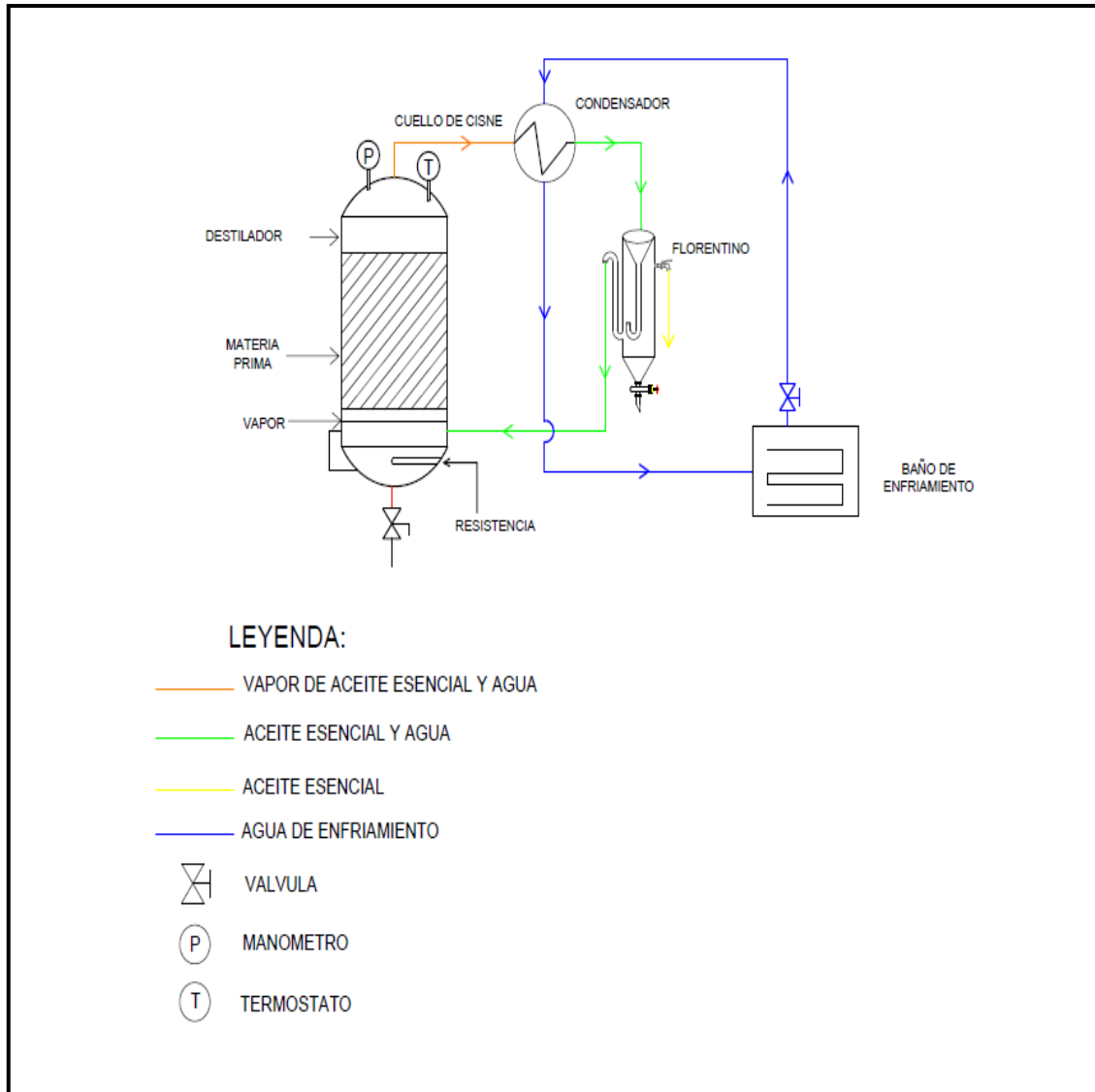


Fig. E.2.- Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite esencial de arrastre con vapor de agua a nivel de planta piloto



APÉNDICE F

Anexos

**TABLA F.1.- PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS DEL ACEITE ESENCIAL DE
EUCALIPTO**

Fórmula	$C_{10}H_{18}O$
Peso Molecular	154,24g/mol
Aspecto	Líquido transparente e incoloro
Punto de Ebullición	177°C
Punto de Fusión	1,5°C
Punto de Inflamación	40°C
Densidad	0.910 – 0.93 g/ml
Solubilidad	Inmiscible con Agua
Índice de refracción a 20°C	1.458 a 1.470

Fuente: <http://es.scribd.com/doc>.



Cuello de Cisne

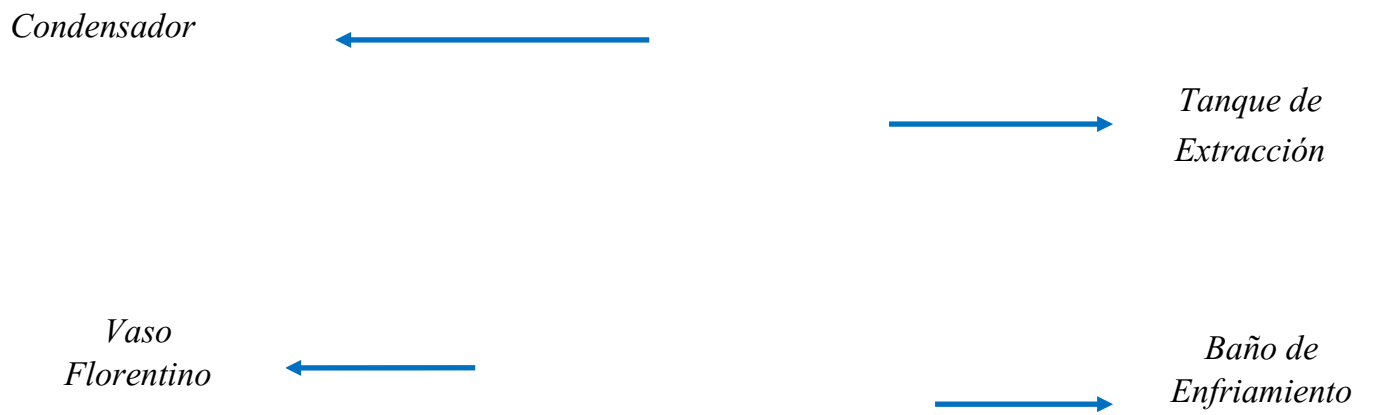


Figura F.1.- Planta Piloto



Figura F.2.-



Vaso Florentino

Figura F.3.- Cesta de colocación de materia prima



**Figura F.4.-
tubo**



Condensador de

Figura F.5.- Cuello de Cisne



Figura F.6.- Método Soxhlet

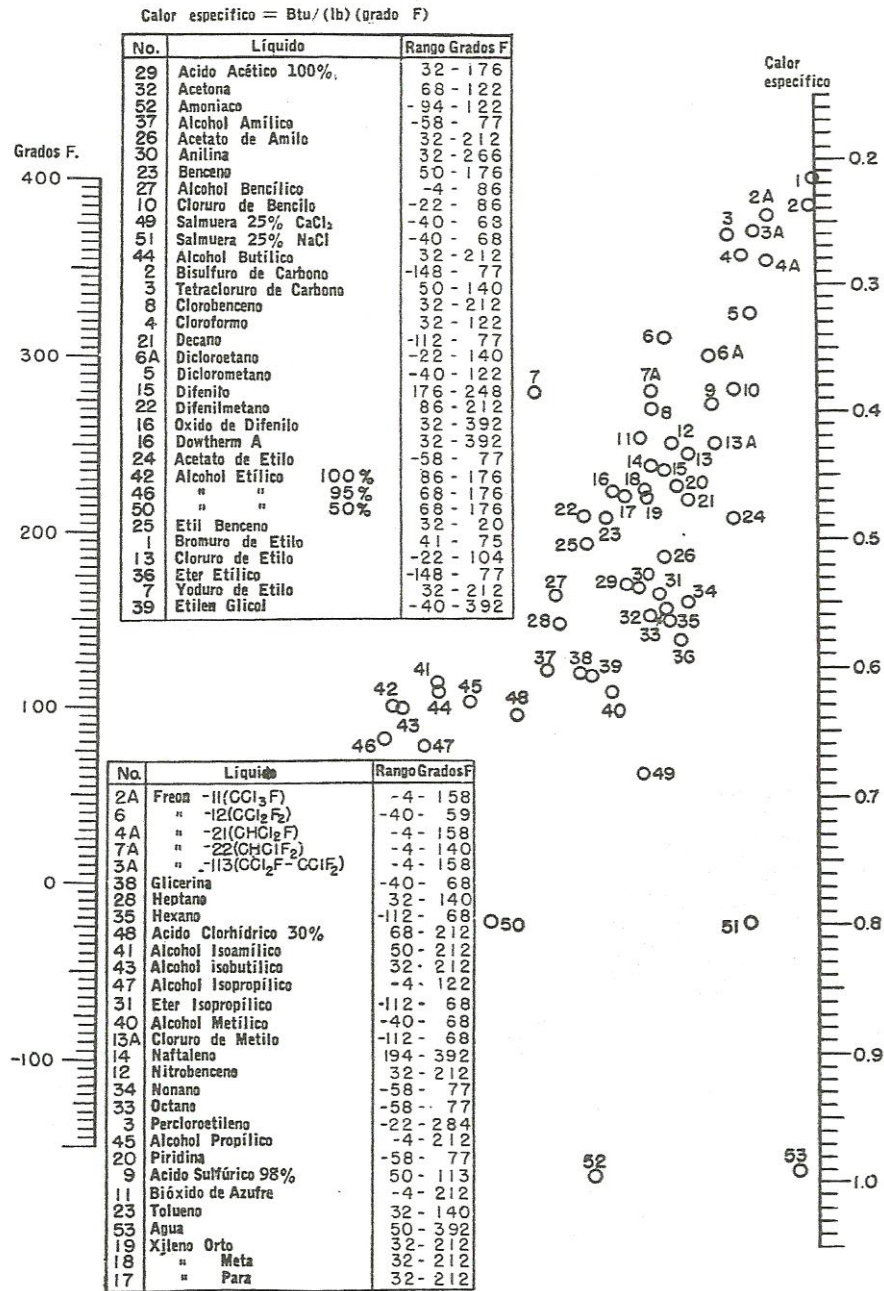


Fig. F.7.- Calores específicos de líquidos.

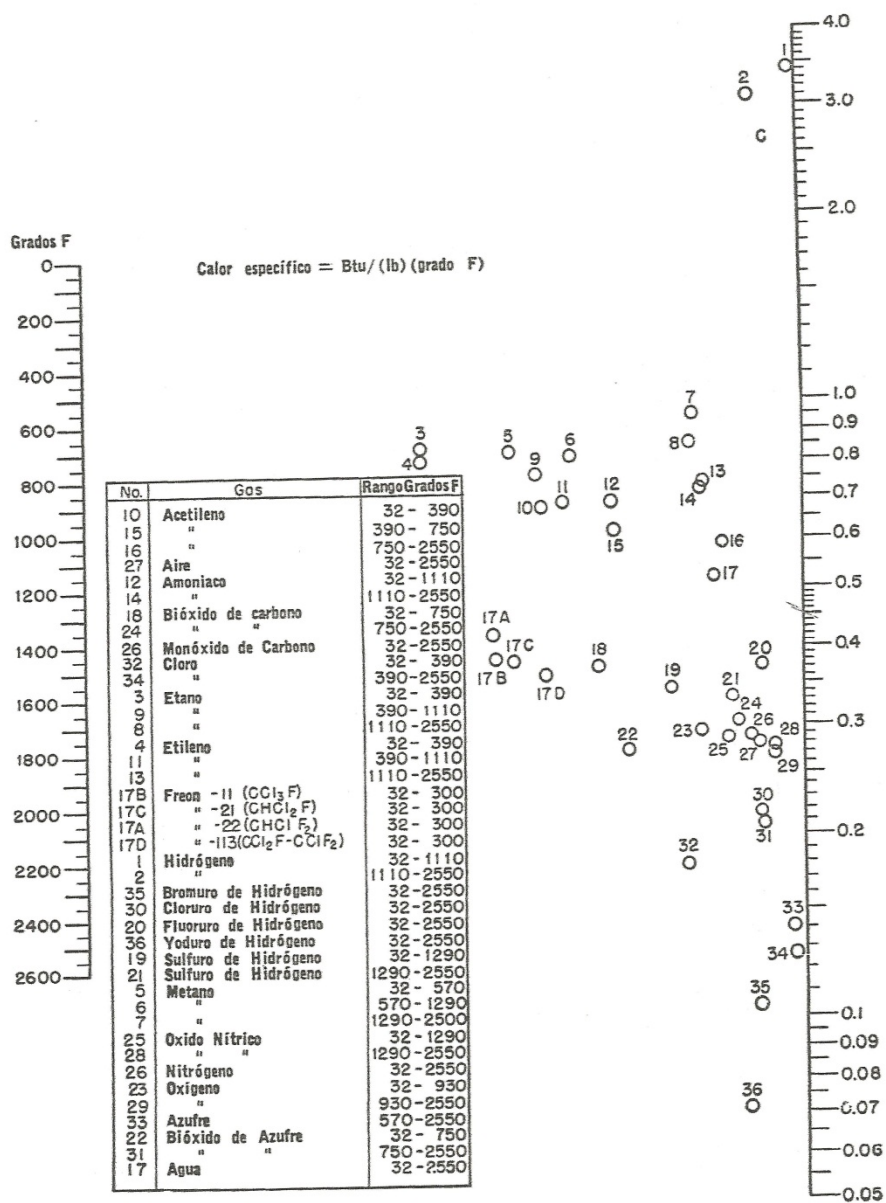


Fig. F.8.- Calores específicos de gases a 1 atm.

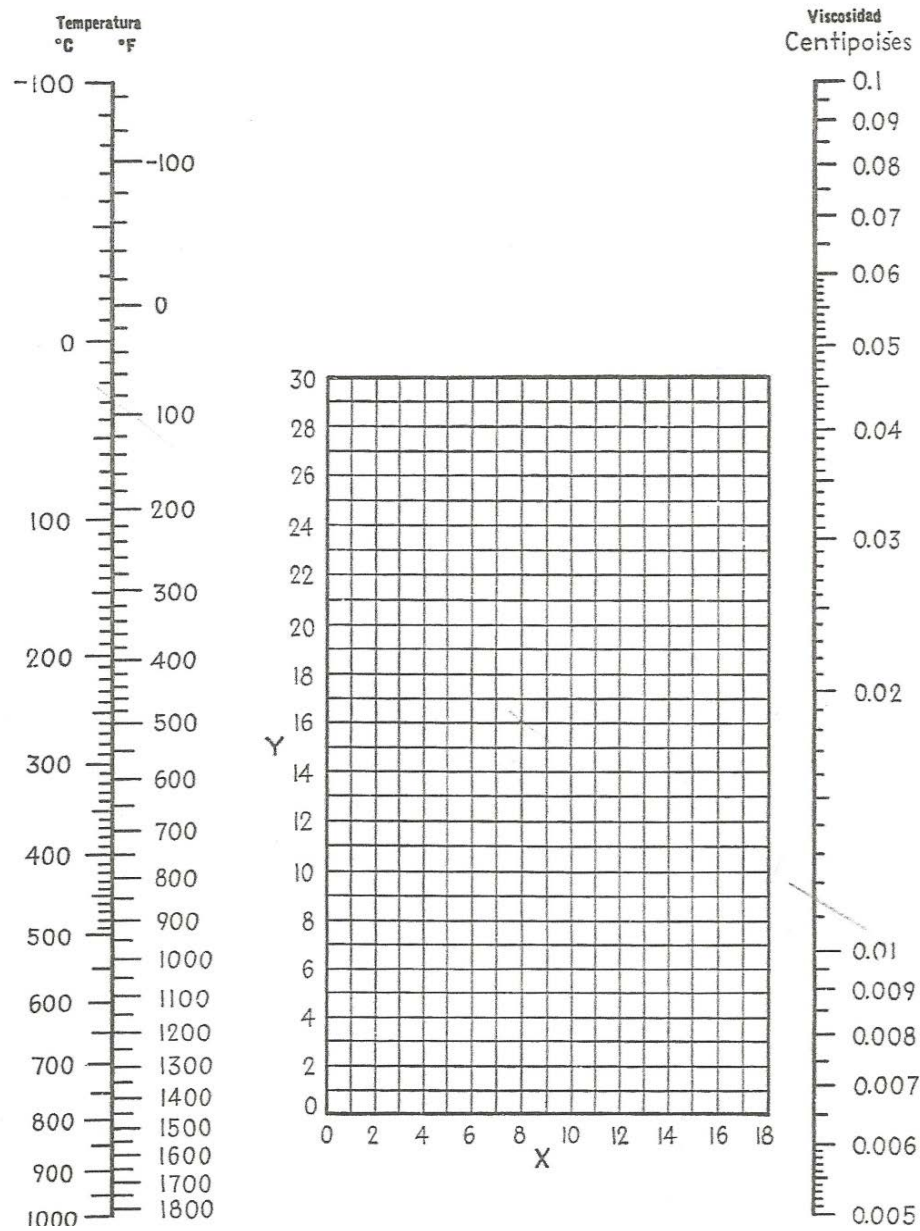


Fig. F.9.- Viscosidades de gases.

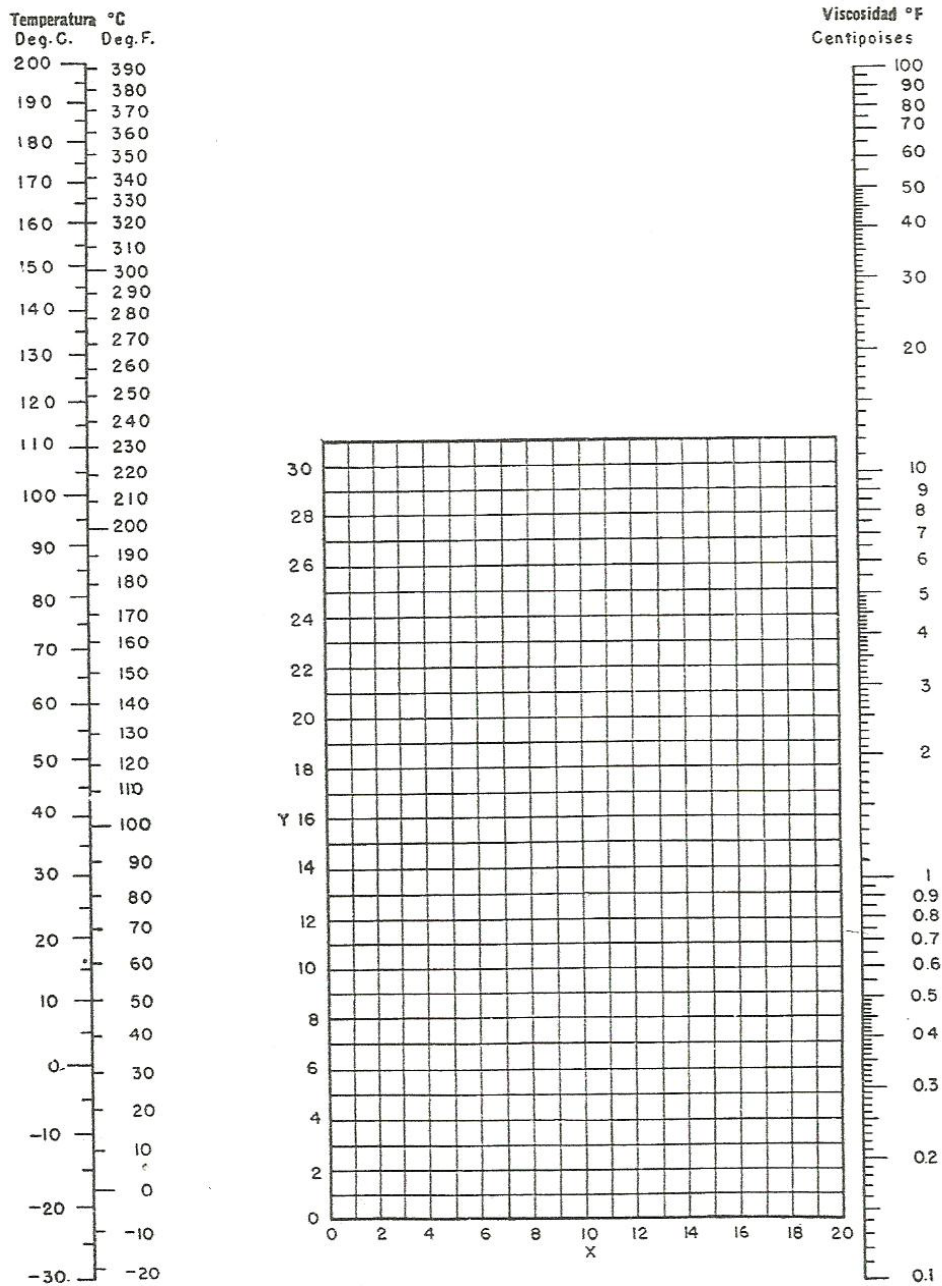


Fig. F.10.- Viscosidades de líquidos.

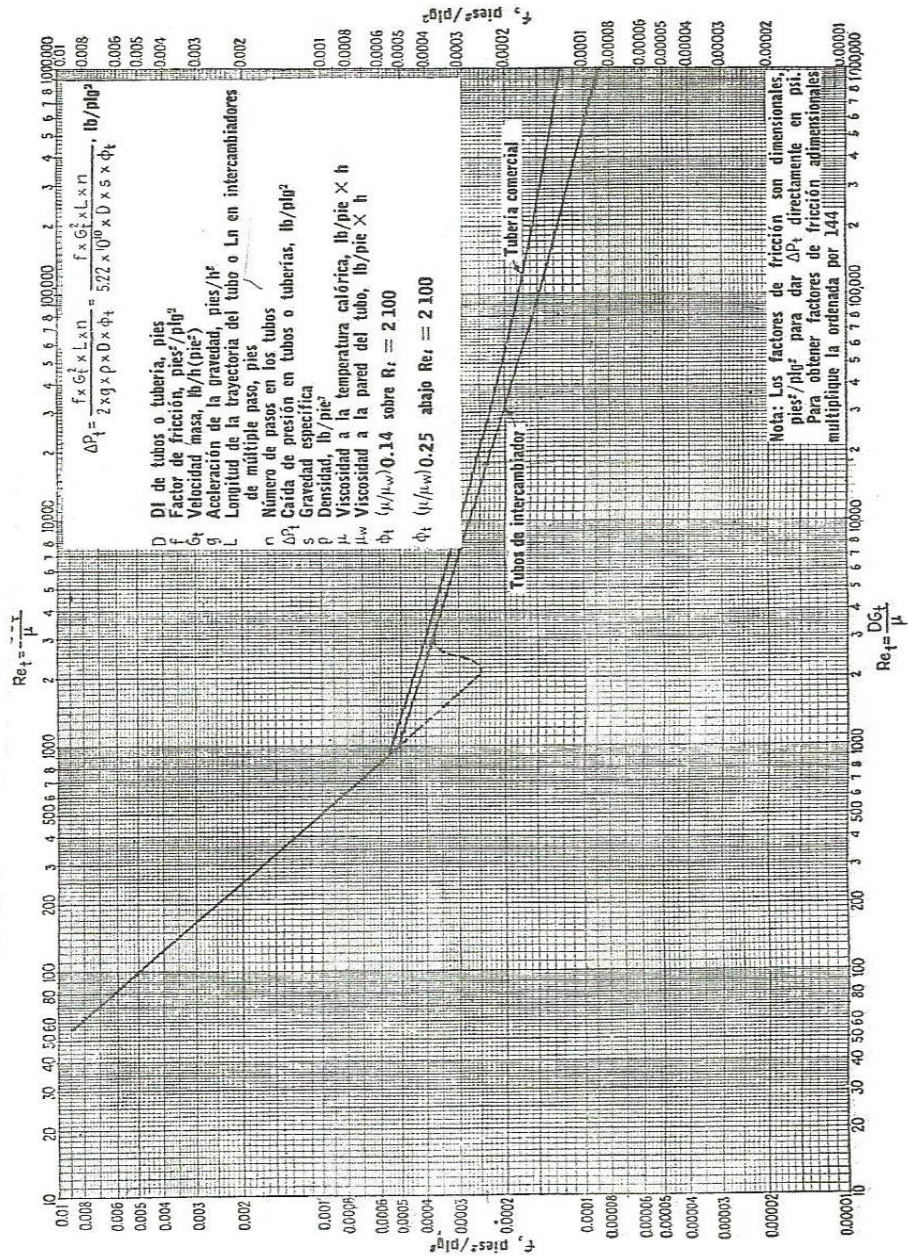


Fig. F.11.-Factores de fricción, para lado de tubo.



Líquidos

T (°F)	ρ (lb _m /ft ³)	c_p (Btu/lb _m ·°F)	$\mu \times 10^3$ (lb _m /ft·scg)	$\nu \times 10^5$ (ft ² /scg)	k (Btu/hr-ft-°F)	$\alpha \times 10^3$ (ft ² /hr)	Pr	$\beta \times 10^4$ (1/°F)	$g\beta\rho^2/\mu^2 \times 10^{-6}$ (1/°F-ft ³)
<i>Agua</i>									
32	62.4	1.01	1.20	1.93	0.319	5.06	13.7	-0.350	
60	62.3	1.00	0.760	1.22	0.340	5.45	8.07	0.800	17.2
80	62.2	0.999	0.578	0.929	0.353	5.67	5.89	1.30	48.3
100	62.1	0.999	0.458	0.736	0.364	5.87	4.51	1.80	107
150	61.3	1.00	0.290	0.474	0.383	6.26	2.72	2.80	403
200	60.1	1.01	0.206	0.342	0.392	6.46	1.91	3.70	1,010
250	58.9	1.02	0.160	0.272	0.395	6.60	1.49	4.70	2,045
300	57.3	1.03	0.130	0.227	0.395	6.70	1.22	5.60	3,510
400	53.6	1.08	0.0930	0.174	0.382	6.58	0.950	7.80	8,350
500	49.0	1.19	0.0700	0.143	0.349	5.98	0.859	11.0	17,350
600	42.4	1.51	0.0579	0.137	0.293	4.58	1.07	17.5	30,300

(sigue hasta la página)

Tabla. F.13.- Propiedades físicas de los líquidos.



T (°F)	ρ (lb _m /ft ³)	c_p (Btu/lb _m -°F)	$\mu \times 10^5$ (lb _m /ft-seg)	$\nu \times 10^3$ (ft ² /seg)	$k \alpha$ (Btu/hr-ft-°F)	α (ft ² /hr)	Pr	$\beta \times 10^3$ (1/°F)	$\varepsilon \beta \rho^2 / \mu^2$ (1/°F-ft ²)
212	0.0372	0.493	0.870	0.234	0.0145	0.794	1.06	1.49	0.873×10^6
250	0.0350	0.483	0.890	0.254	0.0155	0.920	0.994	1.41	0.698
300	0.0327	0.476	0.960	0.294	0.0171	1.10	0.963	1.32	0.493
400	0.0289	0.472	1.09	0.377	0.0200	1.47	0.924	1.16	0.262
500	0.0259	0.477	1.23	0.474	0.0228	1.85	0.922	1.04	0.148
600	0.0234	0.483	1.37	0.585	0.0258	2.29	0.920	0.944	88.9×10^6
800	0.0197	0.498	1.63	0.828	0.0321	3.27	0.912	0.794	37.8
1000	0.0170	0.517	1.90	1.12	0.0390	4.44	0.911	0.685	17.2
1500	0.0126	0.564	2.57	2.05	0.0580	8.17	0.906	0.510	3.97

Vapor de agua

Tabla. F.14.-Propiedades físicas de los gases (vapor de agua)